Hochschule Osnabrück
University of Applied Sciences

Thema: „Herstellung von Lebensmittel-Emulsionen mittels Mikroverfahrenstechnik - Test eines Schlitzplatten-Mikromischers zur Produktion von O/W-Emulsionen“

Masterarbeit

im Studiengang Agrar- und Lebensmittelwirtschaft (M.Sc.),
im Profil Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik
an der Fakultät Agrarwissenschaften und Landschaftsarchitektur

vorgelegt von: Dorothee Vorwerk

Abgabetermin: 02.12.2013

Betreuer 1: Prof. Dr. Ludger Figura
Betreuer 2: Dr.-Ing. Alexander Mathys

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist das Ergebnis eines Kooperationsprojektes der Hochschule Osnabrück mit dem Deutschen Institut für Lebensmitteltechnik in Quakenbrück (DIL). Mein aufrichtiger Dank gilt allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt meinem Erstbetreuer, Herrn Prof. Dr. Ludger Figura, der mir nicht nur bei meiner Masterarbeit mit fachlichem Rat zur Seite gestanden hat, sondern mich auch in meiner gesamten Studienlaufbahn in Osnabrück unterstützend begleitet hat. Dafür bin ich ihm sehr dankbar.

Des Weiteren möchte ich mich für die Unterstützung am DIL bedanken, besonders bei meinem Zweitbetreuer Herrn Dr. Alexander Mathys und der Doktoranten M.Sc. Erika Georget. Sie haben mich, besonders auch in schwierigen Projektphasen immer unterstützt. Des Weiteren gilt mein aufrichtiger Dank Herrn Dr. Köhler von dem Karlsruher Institut für Technologie (KIT) für den regelmäßigen wissenschaftlichen Austausch.

Ohne die Unterstützung der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS und dem Pumpenhersteller HNP Mikrosysteme wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Besonderes bedanken möchte ich mich daher bei Herrn Dr. Carmine Raffa, Herrn Dr. Frank Schael und Herrn Adryan sowohl für das zur Verfügung gestellte Equipment als auch für die fachliche Unterstützung.

Motivation beim Schreiben meiner Arbeit habe ich auch von meinen Freunden und meiner Familie bekommen. Ihr Verständnis und ihr ermutigender Zuspruch haben mir sehr geholfen. Besonderer Dank gilt meinem Freund und meiner Mutter für die Fürsorge und das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis

Tabellenverzeichnis

Symbolverzeichnis

A_M Querschnittsfläche der Mischplatten

c_{ges} Konzentration der Emulsion

D_{Sch} Schlitzbreite in der Mischplatte

D_B Schlitzbreite der Blendenplatte

D_M Schlitzbreite der Mischplatte

d Tropfendurchmesser

E Energie

E_V Energiedichte

E_k Energiedichte der kontinuierlichen Phase

E_d Energiedichte der dispersen Phase

E_n Effekt der Komponente n

g Erdbeschleunigung

$\dot{m}$ Massenstrom

$\dot{m}_k$ Massenstrom der kontinuierlichen Phase

$\dot{m}_d$ Massenstrom der dispersen Phase

M Molare Masse

n_M Anzahl Schlitze in der Mischplatte

P Leistung

Δp Druckverlust

T Temperatur

V Volumen

$\dot{V}$ Volumenstrom

v Geschwindigkeit

v_M Geschwindigkeit im Mischer

$x_{90,3}$ Volumenbezogener Tropfendurchmesser (90%-Quantil)

$x_{3,2}$ Sauterdurchmesser

v Geschwindigkeit

ρ Dichte

η dynamische Viskosität

Abkürzungsverzeichnis

CMC	Mizell-Bildungs-Konzentration
EDGE	Edge-based droplet generation emulsification
F 580	enzymatisch modifiziertes Soja-Lecithin
GMC	Grooved Microchannel Emulsification
HLB	Hydrophilic-Lipophilic Balance
M 20	Lipamin 20
MDG	Mono- und Diglyceride von Speisefettsäuren
MMRS	Modulares MikroReaktions System
PC	Phosphatidylcholin
PE	Phosphatidylethanolamin
PI	Phosphatidylinositol
PL	Phospholipide
PS	Phosphatidylserin
PTFE	Polytetrafluorethylen
SDS	Natriumdodecylsulfat
SEM	Simultanes Emulgieren und Mischen
SM	Sphingomyelin
SOP	Standard Operating Procedure
STMC	Straight-Through Microchannel Emulsification
ZZulV	Zusatzstoff-Zulassungs-Verordnung

1 Einleitung

Die Mikroverfahrenstechnik hat sich in der chemischen und pharmazeutischen Industrie entwickelt und findet heutzutage große Anwendung in diesen Bereichen. Die Vorteile dieser Technologie stellen großes Potenzial auch für die Lebensmittelindustrie dar. Wobei bisher kaum Forschungsprojekte in der Mikroverfahrenstechnik im Bereich der Lebensmittelindustrie durchgeführt wurden.

Die Vorteile der Mikroverfahrenstechnik im Vergleich zu herkömmlichen Verfahren liegen in der Optimierung des Stoff- und Wärmetransportes. Es kann eine genauer kontrollierte Prozessführung erreicht werden. Gerade in der Lebensmittelindustrie ist die Optimierung der Temperaturbelastung der Produkte von besonders großer Bedeutung. Durch die modulare Bauweise des Modularen MikroReaktions System (MMRS) ist eine Vielzahl an zu kombinierenden Komponenten möglich. Eine flexible Prozessgestaltung wird dadurch möglich. Durch Parallelisierung ist ein einfacher Scale Up der Einzelkomponenten möglich.

Im Bereich des Mischen und Emulgieren ermöglicht die Methode des Membranemulgierens die engste Tropfengrößenverteilung. Das Emulgieren mittels Schlitzplattenmikromischer ermöglicht eine enge Verteilung bei gleichem Energieeintrag. Die erreichten Tropfengrößen sind dabei vergleichbar zu anderen herkömmlichen Emulgierverfahren. Insgesamt ist also eine Energieeinsparung und eine Verkürzung der Mischzeiten durch die Verwendung Mikroverfahrenstechnischer Komponenten möglich.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich zunächst mit den Grundlagen von Emulsionen und Emulgiertechniken. Des Weiteren werden die Grundlagen zur Mikroverfahrenstechnik und die derzeit verfügbaren mikrostrukturierten Emulgierverfahren vorgestellt. Im Anschluss sind die verwendeten Materialien und die angewandten Methoden näher beschrieben. Dies schließt auch eine Vorstellung des verwendeten Modularen MikroReaktions System (MMRS) mit ein. Nach einer kurzen Beschreibung der Versuchsdurchführung erfolgt die Darstellung der Ergebnisse in drei Abschnitten, die die Hauptuntersuchungsziele darstellen. Zum besseren Verständnis sind die jeweiligen Versuchspläne in diesen Abschnitten mit aufgeführt. Zum Abschluss dieser Arbeit erfolgt eine ausführliche Diskussion mit Fazit und einem Ausblick mit Ideen für weiterführende Untersuchung.

2 Zielsetzung

Im Rahmen dieser Arbeit sollen die Vorteile mikroverfahrenstechnischer Technologien bei der Herstellung von Emulsionen untersucht werden. Dabei soll die Untersuchung auf Basis der Herstellung von O/W-Emulsionen mittels Schlitzplatten-Mikromischer erfolgen. Ziel ist es, Aussagen über die Einflüsse aller wesentlichen Prozessparameter machen zu können. Besonderes Augenmerk soll dabei auf den Einfluss der Temperatur und des Energieeintrages auf die Tropfengrößenverteilung gelegt werden. Die Relevanz für die industrielle Anwendung wird geprüft. Als Anwendungsbeispiel für die Lebensmittelindustrie wird die Evaluation unterschiedlicher Emulgatoren gewählt. Insgesamt können drei Hauptziele für die vorliegende Arbeit identifiziert werden:

1. Evaluation eines Schlitzplatten-Mikromischers zur Herstellung von O/W-Emulsionen
2. Einfluss von Temperatur und Energieeintrag auf das Emulgierergebnis
3. Evaluation verschiedener Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie mittels Schlitzplatten-Mikromischer

3 Theoretische Grundlagen

3.1 Emulsion

Emulsionen sind Gemische aus zwei nicht oder nur wenig ineinander löslichen Flüssigkeiten. Sie gehören zu den dispersen Systemen und werden daher auch als Dispersionen bezeichnet, wobei unter Dispersionen Emulsionen, Schäume, Aerosole und Suspensionen zusammengefasst werden. Beispiele für Emulsionen aus der Lebensmittelindustrie sind Milch, Butter, Mayonnaise oder Salatdressings. (Belitz et al. 2008)

3.1.1 Aufbau und Eigenschaften von Emulsionen

Eine Emulsion ist eine Dispersion, die aus zwei Phasen besteht. Es wird unterschieden in die äußere, die kontinuierliche Phase (auch Dispergiermittel) und die innere, die disperse Phase (auch dispergierte Phase). Die einzelnen Phasen können sich im Aggregatzustand, im Energiezustand und / oder in der chemischen Zusammensetzung unterscheiden und liegen getrennt durch eine Phasengrenzfläche vor (Schuchmann 2012). Je nach Art der inneren Phase wird eine einfache Emulsion als Öl-in-Wasser Emulsion (O/W-Emulsion) oder Wasser-in-Öl Emulsion (W/O Emulsion) bezeichnet (siehe Abb. 1). Eine O/W-Emulsion kann mit Wasser verdünnt werden und weist eine elektrische Leitfähigkeit auf (Schuchmann 2012). Dies ist bei W/O-Emulsionen nicht der Fall. Die Viskosität von Emulsionen ist in der Regel gleich der kontinuierlichen Phase, wobei die rheologischen Eigenschaften einer Emulsion von der Tropfengröße und der Tropfengrößenverteilung abhängig sind. Neben den einfachen Emulsionen gibt es die mehrfachen, die sogenannten multiplen Emulsionen. Es handelt sich hierbei um eine Emulsion in einer Emulsion. Einfachste Vertreter sind die O/W/O-Emulsionen oder die W/O/W-Emulsionen (siehe Abb. 1). (Schubert 2010)

Emulsionen können in Makro- und Mikroemulsionen eingeteilt werden. Makroemulsionen haben einen Tropfendurchmesser im Bereich von 0,15 – 100 µm und erscheinen milchig trüb. Mikroemulsionen sind hingegen transparent. Der Tropfendurchmesser liegt zwischen 0,0015 µm und 0,15 µm. Diese Emulsionen sind wesentlich stabiler, da die Sedimentationsgeschwindigkeit vom Tropfendurchmesser abhängt (siehe 3.1.2). (Belitz et al. 2008)

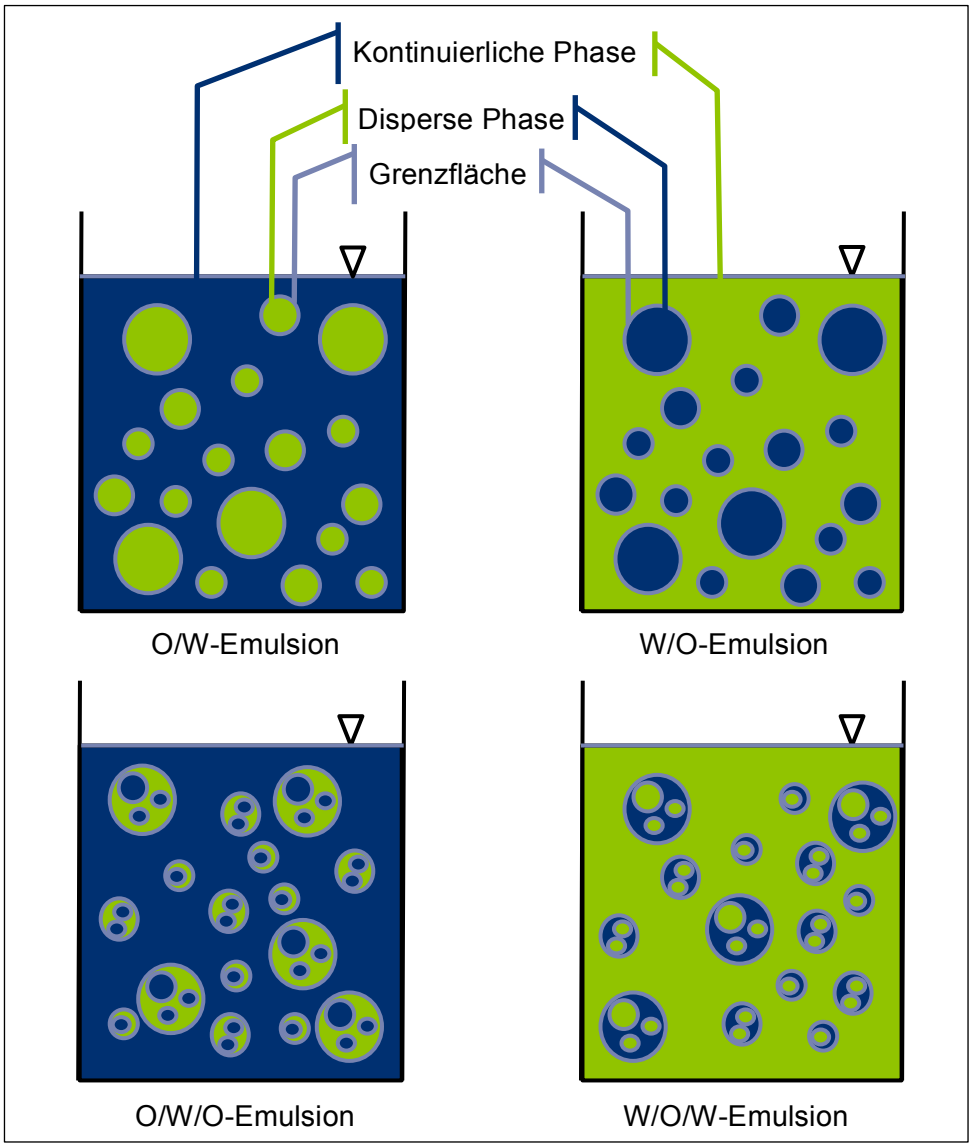


Abb. 1: Aufbau einer Emulsion (in Anlehnung an (Schuchmann 2012))

In Abb. 1 ist die Grenzfläche zwischen der dispersen und der kontinuierlichen Phase sowie zwischen der kontinuierlichen Phase und der Umgebung (Gasphase) dargestellt. Diese entsteht durch die vorherrschenden intermolekularen Wechselwirkungen. Innerhalb einer Phase gleichen sich diese, in alle Raumrichtungen wirkenden Kräfte, aus. An einem Phasenübergang hingegen entsteht eine in das Innere der Phase gerichtete Kraft *F*, so dass eine Grenzfläche entsteht. Diese Kraft verursacht die spezifische Grenzflächenenergie, die auch als Grenzflächenspannung bezeichnet wird. Die Grenzflächenspannung ist temperaturabhängig und nimmt bei steigender Temperatur ab (Figura 2004). Zur Herstellung einer Emulsion kommt es zu einer Vergrößerung der Grenzfläche durch das Generieren von einzelnen Tropfen. Es wird also Energie in das System eingebracht, die unter anderem in Form von Grenzflächenenergie in der Grenzfläche gespeichert wird.

Bei der Herstellung von Emulsionen spielt die Stabilität der Emulsion eine große Rolle. Die Stabilität kann durch chemische, mikrobiologische oder physikalische Einflüsse limitiert sein.

Chemische Einflüsse können z.B. Oxidationsreaktionen sein. Wird jedoch von mikrobiologischer Stabilität gesprochen, so ist hiermit der mikrobiologische Verderb gemeint (Köhler 2010). In dieser Arbeit wird nur der physikalische Aspekt zur Herstellung von stabilen Emulsionen betrachtet.

3.1.2 Physikalische Stabilität von Emulsionen

Als physikalisch stabil wird eine Emulsion dann bezeichnet, wenn der Zustand einer Dispersion über die Zeit keine Veränderung aufweist. Da es sich bei Emulsionen um thermodynamisch instabile Systeme handelt, kommt es bei der Lagerung von Emulsionen gezwungener Maßen zu einer Veränderung des Zustandes. Ursache hierfür können sein: Koaleszenz, Aggregation, Sedimentation, Ostwald-Reifung und Phaseninversion (Schuchmann 2012). In Abb. 2 sind diese Phänomene schematisch dargestellt.

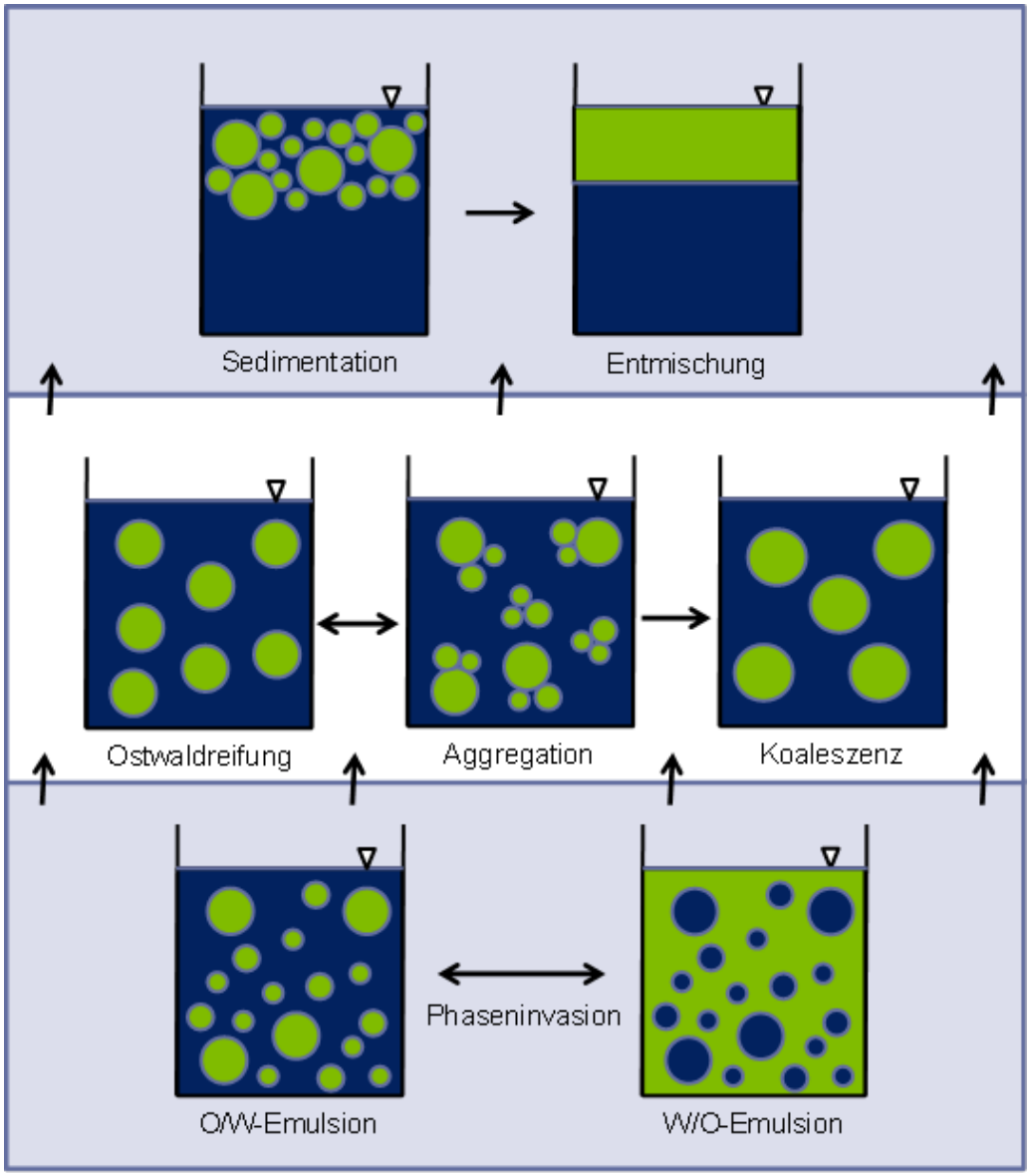


Abb. 2: Physikalische Instabilität von Emulsionen

Wie in Abb. 2 zu sehen ist, kann es bei einer Emulsion zu einer Phaseninversion kommen. Als Phaseninversion wird der Übergang einer W/O-Emulsion in eine O/W-Emulsion und umgekehrt bezeichnet. Dies kann zum einen durch eine Änderung der Zusammensetzung und zum anderen durch eine Änderung der Temperatur oder des Energieeintrages auftreten. Bei einer Phaseninversion durch eine Temperaturänderung spielt der verwendete Emulgator eine Rolle. Die Affinität eines Emulgators, eine O/W-Emulsion oder eine W/O-Emulsion zu formen, hängt sowohl von der Elektrolytkonzentration als auch von der Temperatur ab (siehe 3.2.1) (Müller 2012). Eine Phaseninversion kann z.B. von einer Veränderung der Zusammensetzung ausgelöst werden. Dabei wird die disperse Phase überdosiert, bis es zu einer Inversion kommt. Dieser Effekt wird beispielweise bei der Butterherstellung ausgenutzt (Köhler 2010).

Für die Entmischung der dispersen und der kontinuierlichen Phase ist die Sedimentation der dispersen Phase verantwortlich. Die Sedimentationsgeschwindigkeit v einer Emulsion hängt vom Zerkleinerungsgrad der dispersen Phase ab. Dies kann durch den Tropfendurchmesser d gekennzeichnet werden. Des Weiteren hat die Viskosität der kontinuierlichen Phase η_2 und die Dichte beider Phasen ρ_1 und ρ_2 einen Einfluss auf die Aufrahmgeschwindigkeit. Dies kann mit dem Stokes'schen Gesetz beschrieben werden (Schmidt et al. 2012):

$$v = \frac{2 \cdot g \cdot d^2 \cdot (\rho_1 - \rho_2)}{9 \cdot \eta_2} \tag{3.1}$$

Neben dem Zerkleinerungsgrad der dispersen Phase ist die Tropfengröße durch die Veränderung der Emulsion über die Zeit durch die Ostwaldreifung, Agglomeration oder / und Koaleszenz gegeben.

Als Ostwaldreifung wird das Phänomen der wachsenden Tropfengröße zu Lasten der kleineren Tropfen beschrieben. In kleineren Tropfen herrscht ein höherer Kapillardruck, da die Grenzfläche hier stärker gekrümmt ist. Dadurch findet eine Diffusion der dispersen Phase in Richtung der größeren Tropfen statt. Voraussetzung hierfür ist eine gewisse Löslichkeit der dispersen Phase in der kontinuierlichen Phase. Die Ostwald-Reifung spielt nur bei der langfristigen Stabilität von Emulsionen eine Rolle, da die Löslichkeit der Phasen i.d.R. sehr gering ist (Köhler 2010).

Bei der Aggregation der Tropfen lagern sich diese aneinander an. Das dadurch scheinbar entstehende größere Tropfenvolumen führt wiederum zur Sedimentation dieser Aggregate. Die Annäherung der Tropfen bei einer Aggregation ist eine Grundvoraussetzung für die in der Regel anschließend auftretende Koaleszenz. Diese ist ein Resultat aus der zwischen den Phasen herrschenden Grenzfläche und dem Bestreben eines jeden Systems ein energetisches Minimum zu erreichen (zweiter Hauptsatz der Thermodynamik). Bei einem System

mit konstanten äußeren Bedingungen besteht nur die Möglichkeit der Tropfenbildung und der Vergrößerung, also dem Zusammenfließen von Tropfen, um die Grenzfläche zu minimieren. Dies wird als Koaleszenz bezeichnet (Köhler 2010).

Bezüglich der Stabilität spielt das Phasenvolumenverhältnis in einer Emulsion eine bedeutende Rolle. Um den physikalischen Effekten entgegenzuwirken, werden bei der Herstellung von Emulsionen häufig Emulgatoren eingesetzt. Auch Verdickungsmittel werden zur Stabilisierung von Emulsionen eingesetzt, da sie den beschriebenen physikalischen Effekten entgegenwirken. Im Rahmen dieser Arbeit wird jedoch nicht weiter auf Verdickungsmittel eingegangen. Im folgenden Kapitel werden die Strukturmerkmale und die Wirkungsweisen von Emulgatoren erläutert.

3.2 Emulgatoren

Emulgatoren sind grenzflächenaktive Substanzen, die zu der Stoffklasse der Tenside gehören. Sie besitzen einen hydrophilen (Kopfgruppe) und einen lipophilen (Schwanzgruppe) Molekülteil, woraus sich ein amphiphiles Verhalten ergibt (siehe **Abb.** 3). Durch diese Eigenschaft können sie sich an Grenzflächen anlagern (Timmermann 2010).

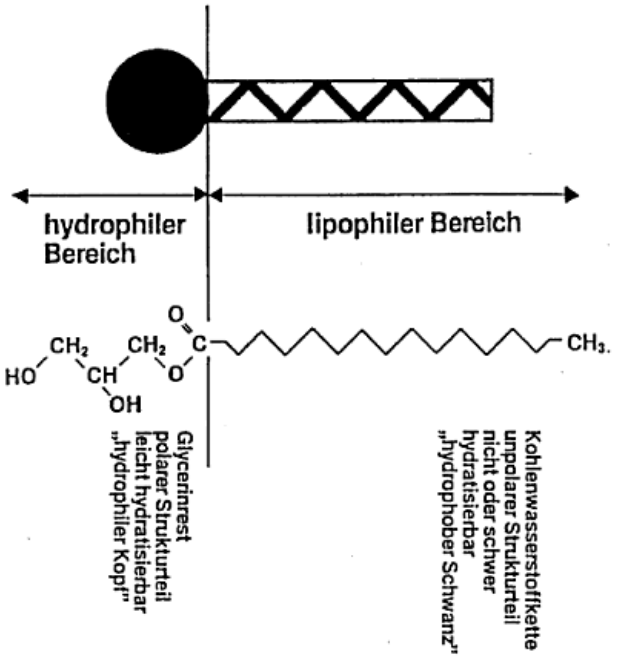


Abb. 3: Schematische Darstellung eines Emulgatormoleküls (Timmermann 2010)

3.2.2 Strukturmerkmale und Wirkungsweise von Emulgatoren

Emulgatoren setzen die Grenzflächenspannung zwischen den beiden Phasen einer Emulsion herab, wodurch der Tropfenaufbruch bei der Herstellung von Emulsionen erleichtert wird. Dies lässt sich durch die im Tropfen herrschenden formerhaltenden Kapillarkräfte erklären. Diese sind proportional zur Grenzflächenspannung und nehmen durch den Einsatz von Emulgatoren ab. Die Emulgatormoleküle, die an den Grenzflächen adsorbiert werden, können eine sterische und/oder eine elektrostatische Barriere zwischen den Tropfen bilden, wodurch das Koaleszieren der Tropfen verhindert wird (siehe 3.1.2) (Timmermann 2010).

Gibbs-Maragoni-Effekt

Wird der Tropfenaufbrauch bei der Herstellung einer Emulsion betrachtet, ist der Gibbs-Maragoni-Effekt zu erwähnen. Da nach einem Tropfenaufbruch im Zwickelbereich zu wenige Emulgatormoleküle vorliegen, um die Grenzfläche vollständig zu besetzen, kommt es zu unausgeglichenen Grenzflächenspannungen an der Tropfenoberfläche. Um dies auszugleichen, bewegt sich der Emulgatorfilm in Richtung der höheren Grenzflächenspannung und schleppt dabei Moleküle der kontinuierlichen Phase mit. Dadurch steigt der Druck in diesem Bereich und es kommt zu einer Stabilisierung der Tropfen. Dies wird als Gibbs-Maragoni-Effekt bezeichnet (Schubert 2010).

Mizell-Bildungs-Konzentration

Die Einsatzmenge von Emulgatoren richtet sich nach der Mizell-Bildungs-Konzentration (CMC), die sich je nach Art des Emulgators unterscheidet (Vladisavljevic und Schlender 2012). Bis zu einer bestimmten Emulgatorkonzentration kommt es zu einer kontinuierlichen Abnahme der Grenzflächenspannung. Erhöht man weiterhin die Konzentration des Emulgators, kommt es jedoch zu keiner Veränderung der Grenzflächenspannung. Man spricht hier von einer kritischen Mizellbildungskonzentration (Vladisavljevic und Schlender 2012). In diesem Punkt ist eine Sättigung der Grenzflächen mit Emulgatormolekülen erreicht. Bei weiterer Emulgatorzugabe kommt es zu einem Aufbau eines Emulgatordepots in Form von sogenannten Mizellen. Die CMC ist abhängig von der Temperatur und der Wasserlöslichkeit des eingesetzten Emulgators (Schuchmann 2012).

Emulgatoren haben zwar in jedem Fall einen einheitlichen Aufbau, bestehend aus einem hydrophilen und einem lipophilen Molekülteil, lassen jedoch durch die Vielzahl an unterschiedlichen Kopf- und Schwanzgruppen eine große Zahl an unterschiedlichen Emulgatoren zu. Emulgatoren haben je nach ihrer Kopfgruppe zwei unterschiedliche Wirkungsweisen. Sie sind in ionische und nichtionische Emulgatoren einzuteilen. Die unterschiedlichen Wirkungsweisen sind in Abb. 4 dargestellt.

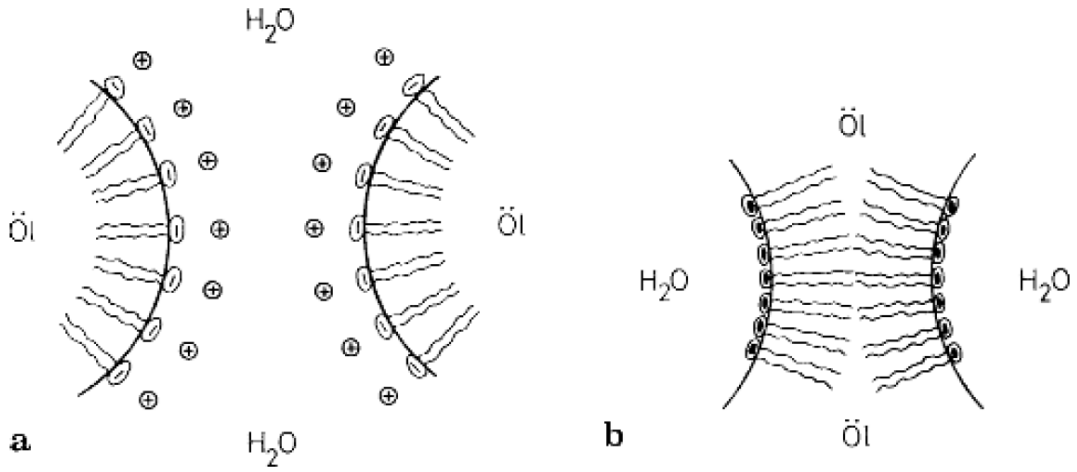


Abb. 4: Schematische Darstellung der Stabilisierung von Emulsionen a) Wirkungsweise eines ionischen Emulgators am Beispiel einer O/W-Emulsion. b) Wirkungsweise eines nicht-ionischen Emulgators am Beispiel einer W/O-Emulsion (Belitz et al. 2008)

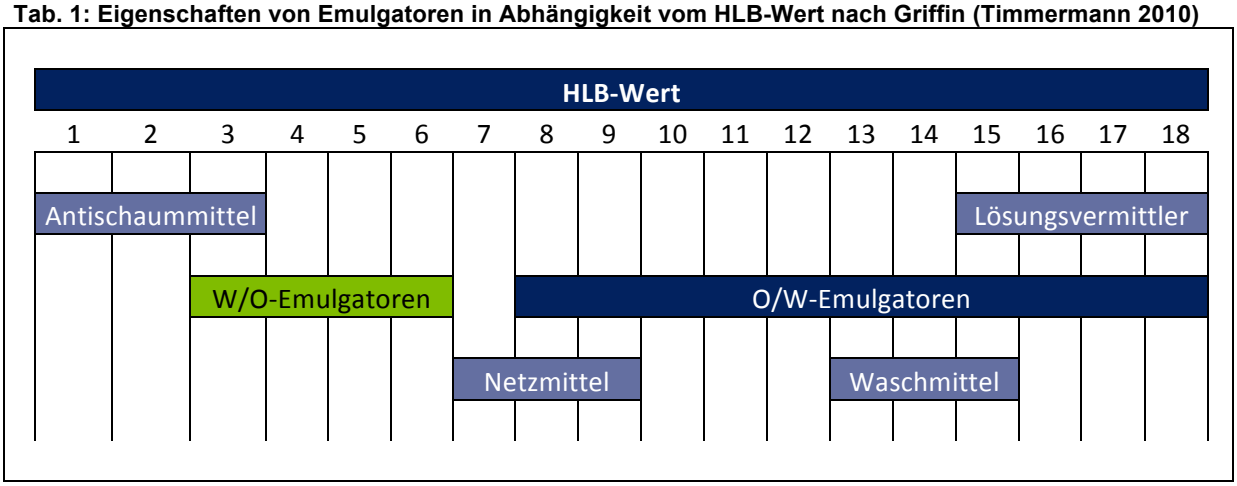
In der Literatur sind viele Möglichkeiten zur Klassifizierung von Emulgatoren dargestellt. Im Rahmen dieser Arbeit wird jedoch nur auf die Klassifizierung nach der Kopfgruppe eingegangen, da diese im direkten Bezug zu der Emulgatorwirkung steht. Die ionisch wirkenden Emulgatoren können in anionische, kationische oder amphotere Tenside unterschieden werden. Letztere können auch als Zwitterionen bezeichnet werden, die sowohl als Anionen als auch als Kationen wirken können (Schubert 2010). In der Zusatzstoff-Zulassungsverordnung (ZZulV) sind jedoch nur anionischen Emulgatoren zugelassen. Daher wird in dieser Arbeit nur auf diese Emulgatoren näher eingegangen.

Um eine Erleichterung für die Auswahl eines Emulgators zu schaffen, hat Griffin die sogenannte HLB-Skala (Hydrophilic-Lipophilic Balance) für nicht ionische Tenside entwickelt (siehe Tab. 1). Der HLB-Wert stellt das Verhältnis zwischen dem hydrophilen und lipophilen Anteil dar. Zum einen soll die hydrophile Gruppe in einem Emulgator ausreichende Wechselwirkung mit der wässrigen Phase aufweisen, aber andererseits darf auch der lipophile Anteil nicht zu klein sein. Die Berechnung des HLB-Wertes beruht auf folgender Formel (Müller 2012):

$$HLB = 20 \cdot \left(\frac{M_{hydrophil}}{M_{ges}}\right) \qquad (3.2)$$

Die HLB-Skala dient zur ersten groben Auswahl eines geeigneten Emulgators. Anwendungsversuche zur Findung eines optimalen Emulgators werden hierdurch jedoch nicht ersetzt, da die Wechselwirkungen des Emulgators mit den Inhaltstoffen der Emulsion nicht berücksichtigt werden. So kann z.B. beobachtet werden, dass bei neutralen Emulgatoren der Hydratationsgrad der polaren Gruppen bei einer Erhöhung der Temperatur abnimmt, so dass der Einfluss der lipophilen Gruppen zunimmt. Dies wird auch bei der erwünschten Inversion ausgenutzt. (Belitz et al. 2008)

Tab. 1: Eigenschaften von Emulgatoren in Abhängigkeit vom HLB-Wert nach Griffin (Timmermann 2010)



3.2.3 Emulgatoren in der Lebensmittelindustrie

In der Lebensmittelindustrie finden eine Vielzahl von Emulgatoren Anwendung in den Unterschiedlichsten Bereichen. Es werden hauptsächlich neutrale Emulgatoren verwendet. Ionische Emulgatoren hingegen werden überwiegend in Wasch- und Reinigungsmittel eingesetzt. Die in Nahrungsmitteln eingesetzten Emulgatoren können natürlich vorkommende Substanzen oder auch synthetisch hergestellte Stoffe sein. Zu den natürlich vorkommenden gehören z.B. Phospholipide, Mono- und Diester von Fettsäuren und Proteine. Synthetisch hergestellte Emulgatoren sind z.B. Polysorbat, Sorbitan-Fettsäureester und Polyglycerin-Polyricinoleat (Baltes und Matissek 2011). Alle Emulgatoren, die als Zusatzstoff eines Lebensmittels eingesetzt werden, müssen nach der ZZulV zugelassen sein und nach § 9 ZZulV gekennzeichnet werden. In der Tab. 2 und Tab. 3 sind die Emulgatoren, die für Lebensmittel allgemein und mit Mengenbegrenzung zugelassen sind, aufgeführt. Außerdem können der Liste die E-Nummern und die HLB-Werte entnommen werden.

Die Wirkungsweise der Emulgatoren geht weit über das Mischen nicht ineinander löslicher Substanzen hinaus. Sie können unterschiedliche Eigenschaften von Lebensmitteln beeinflussen. So werden die plastischen Eigenschaften z.B. bei der Margarineherstellung zur Verbesserung der Streichfähigkeit mithilfe von Emulgatoren verbessert. Ein großes Anwendungsspektrum finden Emulgatoren auch bei der Herstellung von Instantprodukten. Hier werden sie zur Benetzung von Pulvern verwendet, damit diese sich bei der Zubereitung besser in Wasser lösen. Beispiele hierfür sind Ei-, Milch- und Getränkepulver sowie getrocknete Kartoffelmassen. In feinen Backwaren werden Emulgatoren zur Verbesserung der Porung eingesetzt. Auch das Altbackenwerden kann durch ihren Einsatz verzögert werden. Bei der Schokoladenherstellung kann durch den Einsatz von Emulgatoren die Kristallisation der Kakaobutter beeinflusst werden. Besonders bei Überzugmassen kann dies von Bedeutung sein (Baltes und Matissek 2011).

Tab. 2: Emulgatoren, die quantum satis* für Lebensmittel allgemein zugelassen sind (Baltes und Matissek 2011) (ZZulV)

E-Nummer	Verkehrsbezeichnung	Mögliche Handelsname	HLB-Wert
322	**Lecithine**	**Sojalecithin** **Lysolecithin**	**3 – 4** **7 – 11**
463	Hydroxypropylcellulose		
464	Hydroxypropylmethylcellulose		
470 a	Natrium-, Kalium- und Calcium-Salze von Speisefettsäuren	Seife	3 (pH 1 - 6) 16 – 18 (pH 7-14)
471	Mono- und Diglyceride von Speisefettsäuren (MDG)	Monoglycerid	3 – 4
472 a	Essigsäureester von MDG	Acetofette, Acetem®	3 – 4
472 b	Milchsäureester von MDG	Lactoglyceride, Lactem®	4 – 6
472 c	Citronensäureester von MDG	Citroglyceride, Citrem®	4 – 12
472 d	Weinsäureester von MDG		
472 e	Mono- und Diacetylweinsäureester von MDG	Dawe®	8 – 10
472 f	Gemischte Wein- und Essigsäureester von MDG		
1450	Stärkenatrium-octenylsuccinat	Na-SOS	14 – 18

* *quantum satis*: Lateinisch „qs quantum satis“ bedeutet „ausreichende Menge“. Diese Angabe ist nach §7 Zusatzstoff-Zulassungsverordnung mit mehrfachen Einschränkungen versehen.

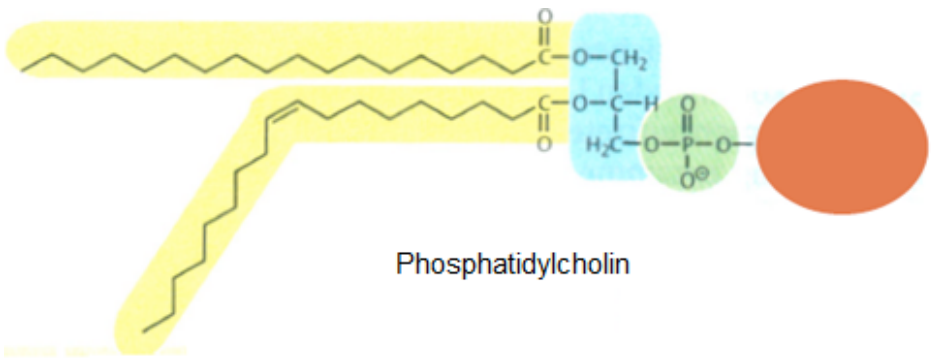
Tab. 3: Emulgatoren, die mit Mengenbegrenzung nur für einige Lebensmittel zugelassen sind (Baltes und Matissek 2011) (ZZulV)

E-Nummer	Verkehrsbezeichnung	Mögliche Handelsname	HLB-Wert
405	Propylenglycolalginat	-	-
426	Sojabohnen-Polyose	-	-
432-436	**Polysorbate**	**Tween®**	**10 - 16**
442	Ammoniumsalze von Phosphatidsäuren	Emulgator YN®	4 - 6
473	Zuckerester von Speisefettsäuren	Saccharoseester	3 - 16
474	Zuckerglyceride	-	3 - 15
475	Polyglycerinester von Speisefettsäuren	Polyglycerinester	6 - 11
476	Polyglycerin-Polyricinoleat	PGPR	6 - 11
477	Propylenglycolester von Speisefettsäuren	PG-Ester	2 - 3
479b	Thermooxidiertes Sojaöl mit MDG	TOSOM®	3 - 4
481	Natriumstearoyl-2-lactylat	NSL	18
482	Calciumstearoyl-2-lactylat	CSL	7 - 9
491-495	Sorbitan-Fettsäreester	Span®	2 - 8

Einer der bedeutendsten Emulgatoren in der Lebensmittelindustrie ist das Lecithin. Hierbei handelt es sich um eine Gruppe unterschiedlicher Phospholipide (Phosphatide). Der Emulgator E 322 (Lecithin) besteht dabei nur zu 30 bis 75 % (*w/w*) aus dem eigentlichen Lecithin, dem Phosphatidylcholin. Weitere Bestandteile sind Glykolipide, Phytosterine, Tocopherole, Kohlenhydrate und freie Aminosäuren. Lecithin wird meist aus Eigelb oder Soja gewonnen (Weilund 2012).

Phospholipide (PL) sind Hauptbestandteile von biologischen Membranen. Sie sind sowohl in Pflanzen als auch in tierischen Produkten zu finden. PL können in zwei Gruppen eingeteilt werden, die Glycerophospholipide und die Sphingophospholipide. Das Molekül der Glycerophospholipide besteht aus zwei mit Glycerin veresterten Fettsäuren und einem mit einer Phosphatgruppe verestertem Aminoalkohol (Cholin, Serin, Ethanolamin, usw.). Das Aminoalkoholmolekül wird dabei auch als Kopfgruppe bezeichnet. Sphingophospholipide sind anstelle der zweiten Fettsäure mit einem Sphingosin verestert. Die Struktur und die Kurzbezeichnungen der wichtigsten PL sind in Tab. 4 und Tab. 5 dargestellt. In großen Mengen sind PL in Eigelb, Soja, Fleisch, Schweine- und Hühnerleber vorhanden. In kleineren Mengen kommen PL auch in Milch vor. Sie dienen natürlich vorkommend als Emulgatoren und sind zu 60 % (*w/w*) in der Milchfettkügelchenmembran und zu 40 % (*w/w*) in der heterogenen Membran der fettfreien Milchfraktion zu finden (Weilund 2012).

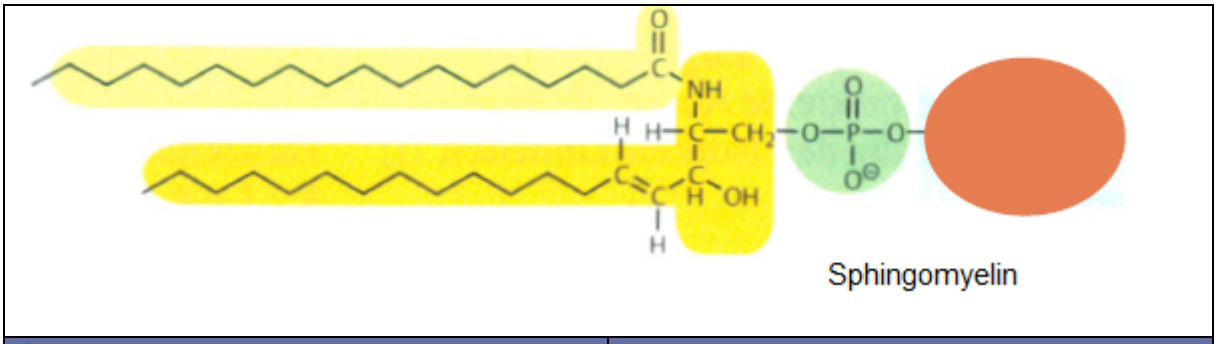
Tab. 4: Glycerophospholipide mit entsprechender Kopfgruppe (gelb – Fettsäuren, blau – Glycerol, grün – Phosphatid, rot – Kopfgruppe (Aminoalkohol Cholin) (Weiland 2012)



Glycerophospholipid	Kurzbezeichnung
Phosphatidylcholin (Lecithin)	PC
Phosphatidylethanolamin	PE
Phosphatidylserin	PS
Phosphatidylinositol	PI

Die Sphigolipide sind bioaktive Substanzen, denen ernährungsphysiologische Eigenschaften zugeschrieben werden. Sie sollen starke Auswirkungen auf den Zellstoffwechsel und die Zellregulierung haben. Außerdem werden ihnen bakteriostatische und cholesterinsenkende Wirkungen zugeschrieben (Rombaut und Dewettinck 2006). Der Anteil an Sphingolipiden ist in tierischen Quellen (z.B. Knochenmark, Eigelb und Milch) wesentlich höher als in pflanzlichen (z.B. Soja, Sonnenblume und Raps). Daher sind Milchphospholipide nicht nur wegen ihrer Emulgiereigenschaften, sondern hauptsächlich als nutritiver Zusatzstoff in den Vordergrund geraten. An der Hochschule Anhalt wurde die Emulgiereigenschaft dieser PL im Vergleich zu Molkenproteinkonzentraten untersucht. Hierbei ergaben sich für den neutralen Bereich gleiche Emulgierergebnisse. Im sauren Milieu schnitten die PL-Konzentrate jedoch wesentlich besser ab, als das Molkenprotein. Außerdem entwickelte die Hochschule Anhalt ein Verfahren zur kostengünstigen Gewinnung von PL-Konzentraten aus Molkenbuttermilch (Konrad et al. 2013).

Tab. 5: Sphingophospholipide mit der Kopfgruppe (hellgelb – Fettsäure, dunkelgelb – Sphingosin, grün – Phosphatid, rot – Kopfgruppe (Aminoalkohol Cholin) (Weiland 2012)



Sphingophospholipid	Kurzbezeichnung
Sphingomyelin	SM
Glucosylceramid	GluCer
Lactosylceramid	LacCer

Ein Großteil der in der Lebensmittelindustrie eingesetzten Emulgatoren sind veresterte Fettsäuren. Dies betrifft sowohl die natürlichen, als auch die synthetisch hergestellten Emulgatoren. Eine Gruppe dieser Emulgatoren stellen die **Polysorbate** dar. Sie sind synthetisch hergestellte Emulgatoren, die auch als Tween bezeichnet werden. Die Haupteinsatzbereiche sind das Emulgieren von Aromastoffen und die Fettkristallisation in Margarine und Schokolade. Weitere Anwendungen können z.B. feine Backwaren, Suppen und Soßen, Süßwaren, Speiseeis und Kaugummi sein. Der chemische Name der Polysorbate ist Polyoxyethylensorbitan-Fettsäureester. Sie werden genau wie die **Sorbitan-Fettsäurester** (Span) durch Copolymerisation aus Sorbit und Fettsäuren hergestellt. An den Strukturformeln der beiden Emulgatoren ist zu erkennen, dass das -Molekül über wesentlich mehr Sauerstoffverbindun-

gen verfügt und daher über hydrophilere Eigenschaften als das Sorbitan (siehe Tab. 3) (Ebermann und Elmadfa 2011).

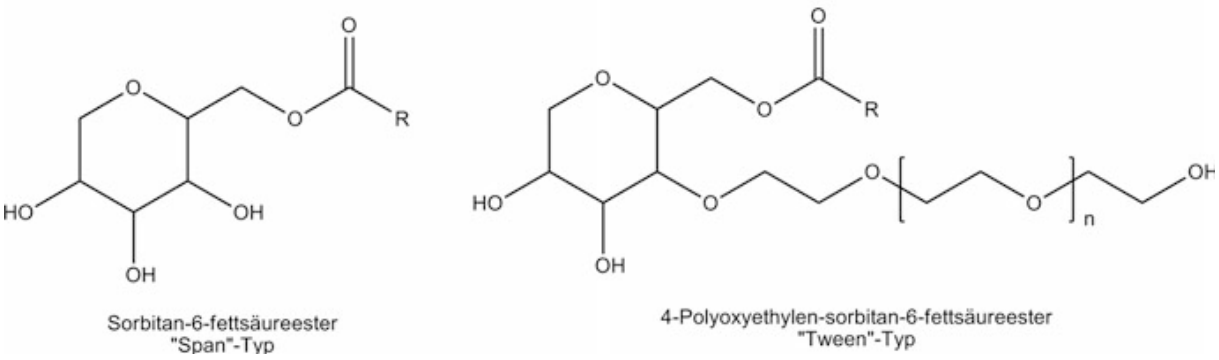


Abb. 5: Strukturformeln eines „Span“-Typ (links) und eines „Tween“-Typ (rechts) (Baltes und Matissek 2011)

Polysorbate sind in Wasser und Alkohol löslich aber unlöslich in unpolaren Lösungsmitteln. Sie können diese jedoch durch ihren ambiphilen Charakter dispergieren. Bei Raumtemperatur sind Polysorbate i.d.R. flüssig, wobei die Schmelztemperatur mit steigender Kettenlänge des Polyoxyethylens abnimmt. Es handelt sich jedoch um eine unverdauliche Substanz, die die Emulsionseigenschaften im Darm verändert. Nährstoffe können dadurch verstärkt oder gehemmt resorbiert werden (Ebermann und Elmadfa 2011). Dadurch ist dieser Stoff nur mit Mengenbegrenzung in Lebensmitteln zulässig (siehe Tab. 3).

3.3 Emulgiertechnik

Die Emulgiertechnik ist ein großes Gebiet in der Lebensmittelherstellung. Besonders bei der Produktion von Feinkostprodukten ist viel Know-how im Bereich der Herstellung und Verarbeitung von Emulsionen gefragt. Aber auch in der Milchindustrie ist einer der Hauptverfahrensschritte das Emulgieren, wobei hier oft analog der Begriff „Homogenisieren“ verwendet wird. Dieser Begriff kann jedoch sehr weitreichend verstanden werden. Daher wird in der vorliegenden Arbeit der Begriff Emulgieren verwendet.

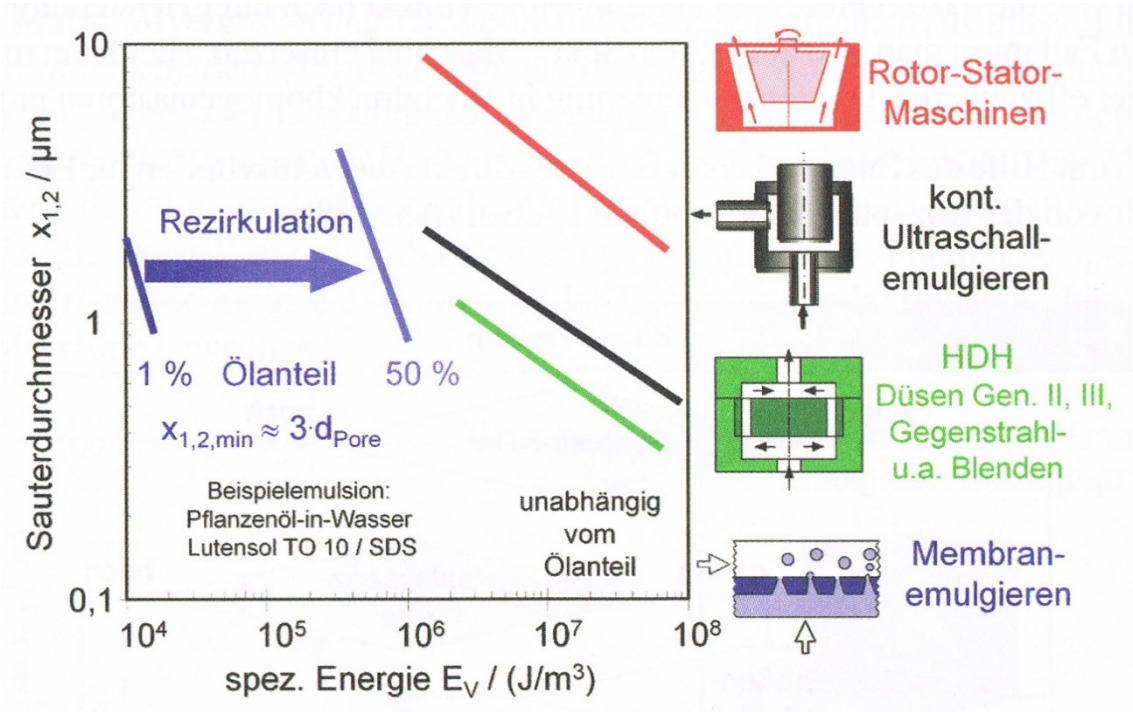
3.3.1 Herstellung von Emulsionen

Der Emulgierprozess besteht im Wesentlichen aus drei Schritten:

1) Zusammenbringen der Flüssigkeiten
2) Zerkleinerung der zu dispergierenden Phase
3) Stabilisieren des dispersen Zustandes

Bei fast allen Emulgierverfahren erfolgen Schritt 2 und 3 nahezu gleichzeitig, da bereits Emulgatoren oder Stabilisatoren beim Zusammenführen der Flüssigkeiten zugegeben werden, die wiederum die Emulsion nach dem Zerkleinerungsprozess durch den Eintrag von mechanischer Energie stabilisieren (Schuchmann 2012).

Bei der Herstellung von Emulsionen wird in mechanische und in physikalisch-chemische Emulgierverfahren unterschieden. Unter physikalisch-chemischen Verfahren wird z.B. die Phaseninversion oder die Verschiebung von Löslichkeitsprodukten verstanden. Auf diese Verfahren soll in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden. Vielmehr wird der Schwerpunkt auf das mechanische Emulgieren gelegt. Hierbei wird Energie in die kontinuierliche Phase eingetragen, um eine Zerkleinerung der dispersen Phase zu erzielen (Köhler 2010). Diese Energie kann auf unterschiedliche Weise in die kontinuierliche Phase eingetragen werden. Die hierzu verwendeten Emulgiertechniken lassen sich im Allgemeinen in fünf Gruppen einteilen: Rotor-Stator-, Hochdruck-, Ultraschall-, Membran- und mikrostrukturierte Systeme (Köhler 2010).In Abb. 6 sind die Tropfengrößen über die Energieeinträge der unterschiedlichen Emulgierverfahren im Vergleich dargestellt. Als Vergleichsparameter ist hier der



Sauterdurchmesser angegeben.

Abb. 6: Vergleich unterschiedlicher Emulgierverfahren zur Herstellung von O/W-Emulsionen (Schuchmann 2012)

Rotor-Stator-Systeme

Rotor-Stator-Systeme sind die in der Industrie am weitesten verbreiteten Systeme zum Herstellen von Emulsionen. Sie sind einfach in der Handhabung, kostengünstig und sehr flexibel einsetzbar. Die einfachste Form eines Rotor-Stator-Systems ist ein Rührer in einem Rührbehälter. Grundsätzlich zeichnet sich das System durch eine rotierende Einheit und einem statischen Bauteil aus. Aufwendigere Systeme, wie z.B. die Zahnkranzdispergiermaschine oder die Kolloidmühle ermöglichen weitaus definierte Energieeinträge als der einfache Rührbehälter. Dennoch sind Rotor-Stator-Systeme von einem stark inhomogenen und auch eher niedrigen spezifischen Energieeintrag geprägt. Dies kann zu langen Prozesszeiten und zu einer breiten Verteilung der Tropfengrößen führen. Durch die langen Verweilzeiten können jedoch Emulsionen mit dem Einsatz von langsam wirkenden Emulgatoren realisiert werden (Schuchmann 2012).

Hochdruckhomogenisation

Hochdruckhomogenisatoren werden häufig in der chemischen- und pharmazeutischen sowie in der Lebensmittelindustrie eingesetzt. Sie bestehen im Wesentlichen aus einer Hochdruckpumpe und einer Zerkleinerungseinheit. Mit der Hochdruckpumpe werden einige 100 bis >2000 bar erzeugt. Diese Energie wird genutzt, um den Tropfenaufbruch mit Hilfe der Zerkleinerungseinheit zu realisieren. Als Zerkleinerungseinheiten dienen entweder Homogenisierdüsen unterschiedlichster Bauart oder sogenannte Lochblenden. Lochblenden haben gegenüber Ventilen mit beweglichen Bauteilen den Nachteil, dass kein definierter Druckaufbau stattfindet, sondern der Durchfluss den Emulgierdruck bestimmt. Besonders bei schwankenden Produktströmen kann daher nicht immer ein konstantes Emulgierergebnis ermöglicht werden (Schuchmann 2012).

Ultraschall-Systeme

Das Ultraschall-Verfahren ist bereits lange Zeit in der Forschung bekannt als Verfahren zur Herstellung von Emulsionen mit besonders kleinen Tropfengrößen. Derzeit wird es jedoch hauptsächlich im Labormaßstab eingesetzt. Der Emulgiereffekt wird durch eine Sonotrode, die mechanische Schwingungen im Ultraschall-Bereich ausführt, erzeugt. Eine weitere Möglichkeit der Schallwellenerzeugung stellt die Flüssigkeitspfeife dar. Hierbei wird eine Metallplatte durch das Anströmen einer Flüssigkeit zum Schwingen gebracht (Freudig et al. 2012).

Membran und Mikrostrukturierte System

Beim Membranemulgieren wird die disperse Phase oder ein Prämix durch eine Membran gedrückt, wobei sich an den Porenausgängen der Membran kleine Tropfen bilden. Die kontinuierliche Phase wird mit einer Strömung an der Membran vorbeigeführt. Dadurch werden die Tropfen mitgerissen und so dispergiert. Dies kann sowohl kontinuierlich als auch im Batchverfahren erfolgen. Beim Batchverfahren wird die Strömung in der Regel durch einen Rührer im Behälter erzeugt. Durch das Verfahren des Membranemulgierens können wesentlich engere Tropfenverteilungen gegenüber anderen Verfahren erzeugt werden. Außerdem ist durch die große Auswahl an Membranen eine große Variation des mittleren Tropfendurchmessers möglich (Vladisavljevic und Schlender 2012).

3.3.2 Energiedichtekonzept

Bisher wurden die Verfahren zum Emulgieren zweier nicht mischbarer Flüssigkeiten beschrieben. Hier stellt sich nun die Frage der Vergleichbarkeit der Systeme. Bereits 1994 wurde das Energiedichtekonzept von Karbstein entwickelt (Karbstein 1994). Dies besagt, dass eine Korrelation zwischen der erreichten Tropfengröße und der Energiedichte E_V herrscht. Mit Energiedichte ist hier die volumenspezifische Energie gemeint, also das Verhältnis zwischen eingetragener Energie E zum Volumen V. Häufig ist es einfacher die eingetragene Leistung anstelle der Energie zu ermitteln. Bei Emulgierverfahren mit Blendengeometrie oder Ventilen spielt der Emulgierdruck eine wichtige Rolle. Bei statischen Mischern wird der Energieeintrag durch die Förderung der Fluide eingebracht. Zur Ermittlung der Energiedichte kann daher die Druckdifferenz vor dem Eintritt und nach dem Austritt des Mischers bestimmt werden. Dieser ist gleich des Energieeintrages. Es gilt (Köhler 2010):

$$E_V = \frac{E}{V} = \frac{P}{\dot{V}} = \frac{\Delta p \cdot \dot{V}}{\dot{V}} = \Delta p \qquad (3.3)$$

Mit Hilfe des Energiedichtekonzeptes können unterschiedlichste Emulgierverfahren miteinander verglichen werden.

3.4 Mikroverfahrenstechnik

3.4.1 Mikroverfahrenstechnik allgemein

Die Mikroverfahrenstechnik ist bereits seit einigen Jahren ein großes Thema in der Forschung. Derzeit ist die Technologie so weit entwickelt, dass sie immer häufiger in der Industrie eingesetzt wird. Dies trifft jedoch hauptsächlich auf die chemische und pharmazeutische Industrie zu (Kirschneck und Marr 2006).

Mikroverfahrenstechnik als solches bezeichnet die Miniaturisierung grundlegender verfahrenstechnischer Operationen. In der Literatur wird missverständlicher Weise oft der Begriff Mikroreaktoren genutzt. Da die Mikroverfahrenstechnik aber nicht nur die Reaktionstechnik sondern auch die Misch-, Extraktions-, Verdampfungsverfahren u.v.m. mit einschließt (Hessel und Löwe 2002), wird in der vorliegenden Arbeit der Begriff Mikroverfahrenstechnik verwendet. Die Vorteile der Mikroverfahrenstechnik liegen in der Optimierung des Stoff- und Wärmetransportes. Die Kinetik von Reaktionen kann zwar nicht beeinflusst werden, aber ermöglicht wesentlich kürzere Wege der Moleküle zu ihren Reaktionspartnern (Kirschneck und Marr 2006). Durch das große Oberflächen-Volumen-Verhältnis ist eine sehr genaue Temperaturkontrolle möglich. Dies ist besonders in der Lebensmittelindustrie von großer Bedeutung. Zum einen muss eine bestimmte Temperatur über einen bestimmten Zeitpunkt realisiert werden, um die Produktsicherheit gewährleisten zu können. Zum anderen soll das Produkt möglichst schonend bei nicht zu hohen Temperaturen behandelt werden. Dies kann mit Hilfe der Mikroverfahrenstechnik optimal realisiert werden.

Die miniaturisierte Bauweise der Komponenten macht es möglich, dass Prozesse, die bisher nur im Batchbetrieb möglich waren, in kontinuierlicher Produktionsweise durchgeführt werden können. Dies macht die mikrostrukturierte Kanalführung und der erhöhte Grad an Sicherheit besonders bei exothermer Reaktionsführung möglich (Hessel und Löwe 2002). Zu mikrostrukturierten Apparaten gehören alle Komponenten mit deutlich kleineren inneren Abmessungen als herkömmliche Systeme oder Komponenten mit mikrostrukturierter Kanalführung.

Mikrostrukturierte Komponenten können aus einer großen Vielzahl an Werkstoffen produziert werden. Durch die Materialeinsparung durch Mikrostrukturen kann auf hochwertige Materialien zurückgegriffen werden, ohne die Kosten für die Bauteile stark ansteigen zu lassen. Dem Anspruch der chemischen Beständigkeit - besonders in der Reaktionstechnik - kann daher gerecht werden. Es ist jedoch zu beachten, dass bereits kleinster Abrieb, der in Großanlagen nicht von Bedeutung ist, bereits zu Zerstörung der Komponenten führen kann (Kirschneck und Marr 2006).

Mikrosysteme werden zum Teil in modularer Bauweise gefertigt. Durch die sogenannten Baukastensysteme können eine Vielzahl von Komponenten kombiniert werden. Die auf dem Markt verfügbaren Module reichen von Wärmetauschern über Reaktoren bis hin zu Sensoren (siehe Anhang I). Es entsteht eine große Flexibilität in der Prozessgestaltung und eine einfache Umrüstung von Anlagen wird möglich. Ein Beispiel für derartige Systeme stellt das Modulare MikroReaktions System (MMRS) der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS dar (siehe Abb. 7).

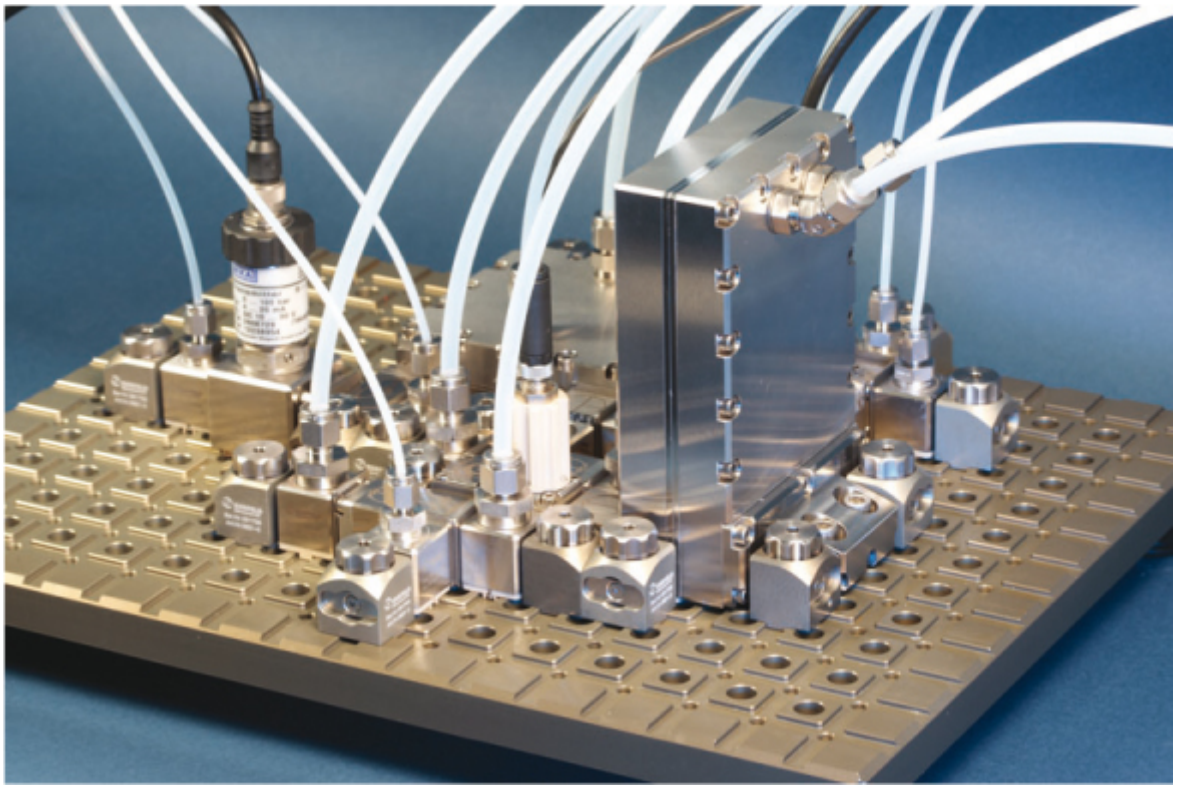


Abb. 7: Modulares MikroReaktions System der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS (Gestermann et al. 2012)

3.4.2 Mischen und Emulgieren in der Mikroverfahrenstechnik

Beim Mischen und Emulgieren mit mikrostrukturierten Systemen liegt hohes Potential. Es ist möglich, Partikel mit sehr engen Tropfengrößenverteilungen zu erzeugen. Des Weiteren können durch den Einsatz von Mikromischern Energieeinsparungen realisiert werden. Das Potential des Mikromischens liegt unter anderem in der Kombination mit thermischen Verfahren. Außerdem können die Mischzeiten durch mikroverfahrenstechnische Komponenten stark reduziert werden (Hessel und Löwe 2002).

Mikromischer beruhen in der Regel auf dem Prinzip der Multilamination. Hierbei werden dünne Flüssigkeitsschichten nebeneinander erzeugt, um den Stofftransport zu optimieren. Derzeit werden in der Mikroverfahrenstechnik hauptsächlich statische Mischer eingesetzt. Eine genaue Darstellung der Mischvorgänge wird in der Veröffentlichung von Hessel und Löwe gegeben (Hessel und Löwe 2002).

In der Mikroverfahrenstechnik finden ähnliche Verfahren wie beim Membranemulgieren Anwendung. Hier wird die disperse Phase jedoch nicht durch eine Membran, sondern durch Mikrokanäle geleitet. Genau wie bei der Membranemulgierung werden die Tropfen von der im sog. „Crossflow“ an der Oberfläche vorbeigeleiteten kontinuierlichen Phase erfasst (siehe Abb. 8). In der Literatur wird dies als **„Straight-Through Microchannel Emulsification“ (STMC)** bezeichnet (Kobayashi et al. 2003).

Es gibt zwei weitere Techniken in der Mikroverfahrenstechnik, die nach einem ähnlichen Prinzip arbeiten. Als zweites Verfahren ist hier das **„Grooved microchannel Emulsification“ GMC** zu nennen. Hierbei wird die disperse Phase durch einen Mikrokanal geleitet, der am Ende auf einem kleinen Plateau endet. Hier kommt es zur Tropfenbildung (Maan et al. 2011). Das Plateau mündet genau wie beim STMC-Verfahren in der vorbeiströmenden kontinuierlichen Phase (siehe Abb. 8).

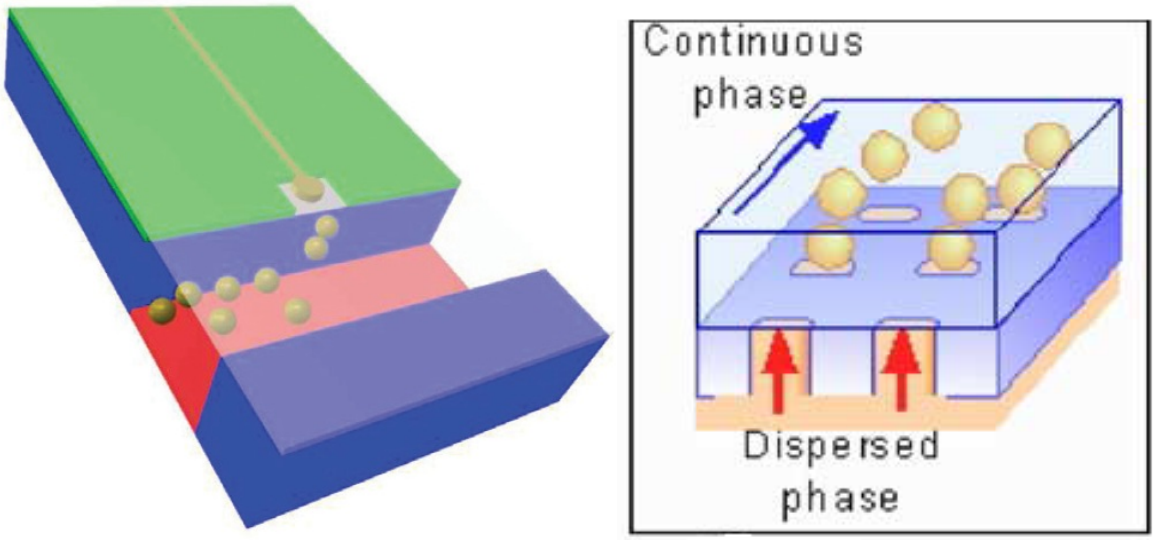


Abb. 8: Schematische Darstellung des GMC-Verfahrens (links) (Maan et al. 2011) und des STMC-Verfahrens (rechts) (Kobayashi et al. 2003)

Das dritte Verfahren wird in der Literatur als **„Edge-based droplet generation emulsification“ (EDGE)** bezeichnet. Dies unterscheidet sich vom GMC darin, dass die disperse Phase durch einen breiten Kanal geleitet wird. Es entstehen hier nicht, wie bei den zuerst genannten Verfahren, die Tropfen definiert nacheinander. Sie entstehen spontan an einer beliebigen Stelle auf der gesamten Breite am Ende des Kanals (siehe Abb. 9) (van Dijke et al. 2010).

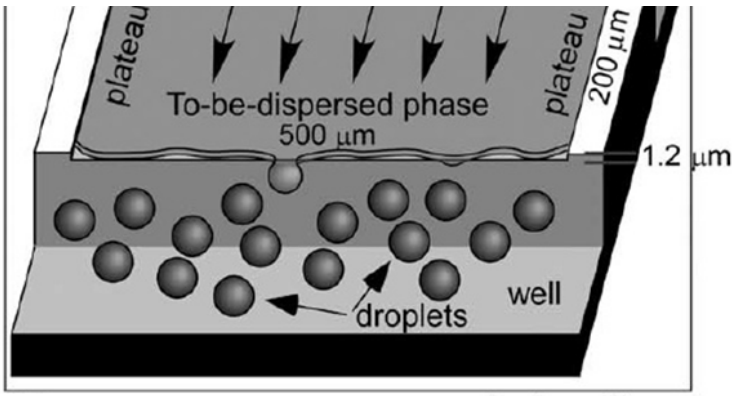


Abb. 9: Schematische Darstellung des EDGE-Verfahrens (van Dijke et al. 2010)

Ein weiteres Verfahren, welches bereits einen Durchbruch in der Milchindustrie erreichen konnte, ist das vom Karlsruher Institut für Technologie entwickelte Verfahren des **„Simultanen Emulgieren und Mischen“ (SEM)**. Mit dieser Technologie ist das homogenisieren von Milch mit einem Fettanteil von 3,2 - 4,2 % (*v/v*) möglich. Hierbei wird die Milch im Teilstromverfahren emulgiert. Der Rahm wird mit Hilfe einer T-förmigen Mischgeometrie homogenisiert. In einem genau definierten Abstand zum Blendenaustritt wird die Magermilch zugemischt (siehe Abb. 10). Hierdurch konnte ein energiesparendes Verfahren entwickelt werden, durch das eine hohe Mischgüte erzielt werden kann.

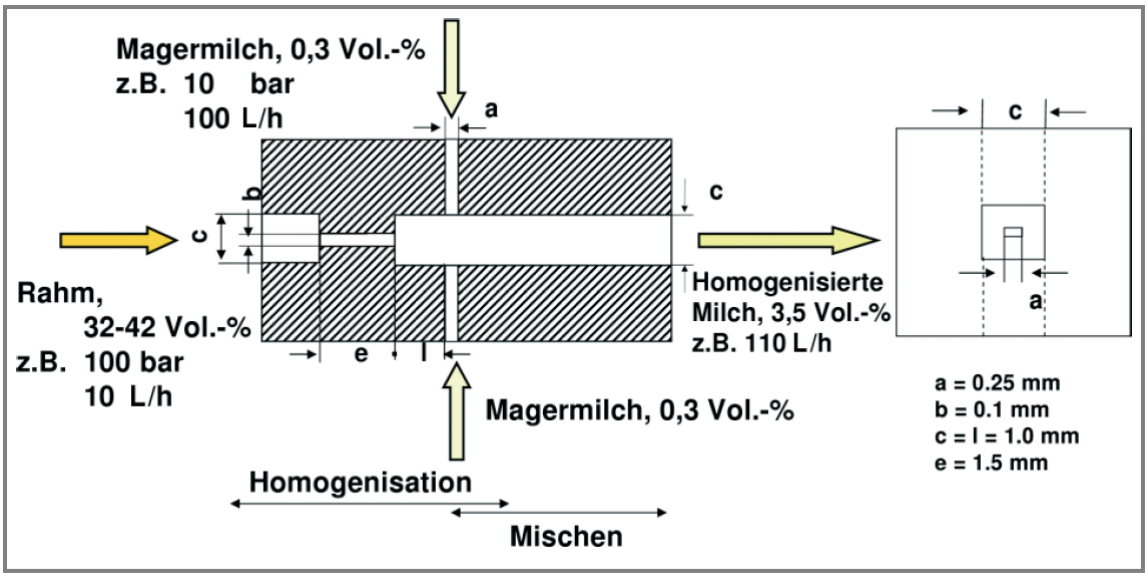


Abb. 10: Schematische Darstellung des SEM-Verfahrens (Köhler 2010)

Durch die unterschiedlichen Verfahren können verschiedene Tropfengrößen generiert werden. In Abb. 11 sind alle mikrostrukturierten Verfahren im Vergleich dargestellt. Die kleinsten Tropfengrößen können durch Microfluidizer erzeugt werden. Im Vergleich zu herkömmlichen mechanischen Emulgierverfahren können ähnliche Tropfengrößen erreicht werden. Diese können mit geringeren Energieeinträgen generiert werden (siehe Abb. 6 und Abb. 11).

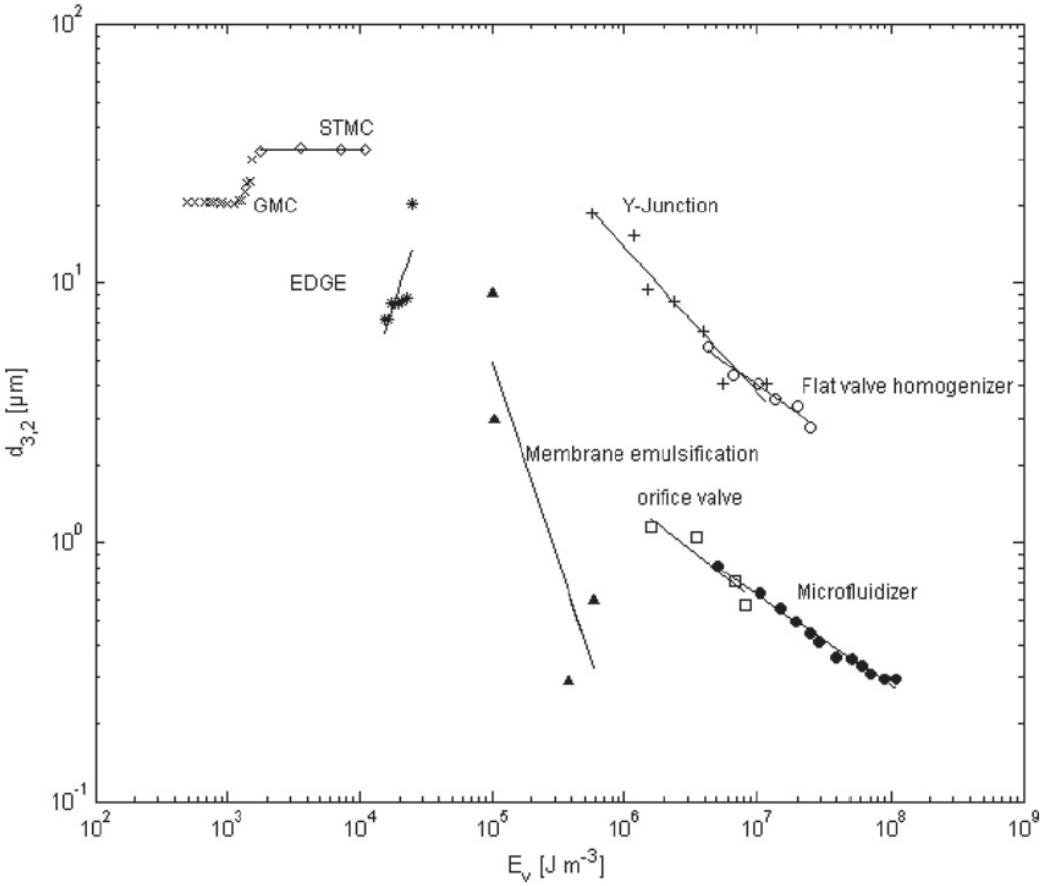


Abb. 11: Vergleich unterschiedlicher mikrostrukturierter Emulgierverfahren bezüglich des Energieeintrages und der dadurch generierten Tropfengröße: (x) grooved microchannels (GMC), (◊) straight-through microchannels (STMC), (*) EDGE systems, (+) Y-junctions, (^) membrane emulsification, (○) flat valve homogenizer, (□) orifice valve und (●) microfluidizer. (Maan et al. 2011)

3.5 Quantifizierung von Emulsionen

Emulsionen können nach unterschiedlichen Parametern beurteilt werden. Wie bereits in Kapitel 3.1.2 beschrieben, ist die Stabilität einer Emulsion von Bedeutung. Sie hängt zum einen von dem Einsatz des Emulgators und zum anderen von der Partikelgröße ab. Diese kann messtechnisch erfasst werden. Zur Quantifizierung der Tropfengrößenverteilung steht heutzutage eine Vielzahl von Messgeräten zu Verfügung. Grundsätzlich lassen sie sich in drei Klassen einteilen: Zählverfahren, Messverfahren mit Klassierung der Tropfen und Messverfahren mit Messung am Tropfenkollektiv (Gaukel und Bernewitz 2012).

In Abb. 12 sind einige Verfahren zur Bestimmung der Tropfengrößenverteilung dargestellt. Im Folgenden sollen jedoch nur einige ausgewählte Verfahren näher erläutert werden.

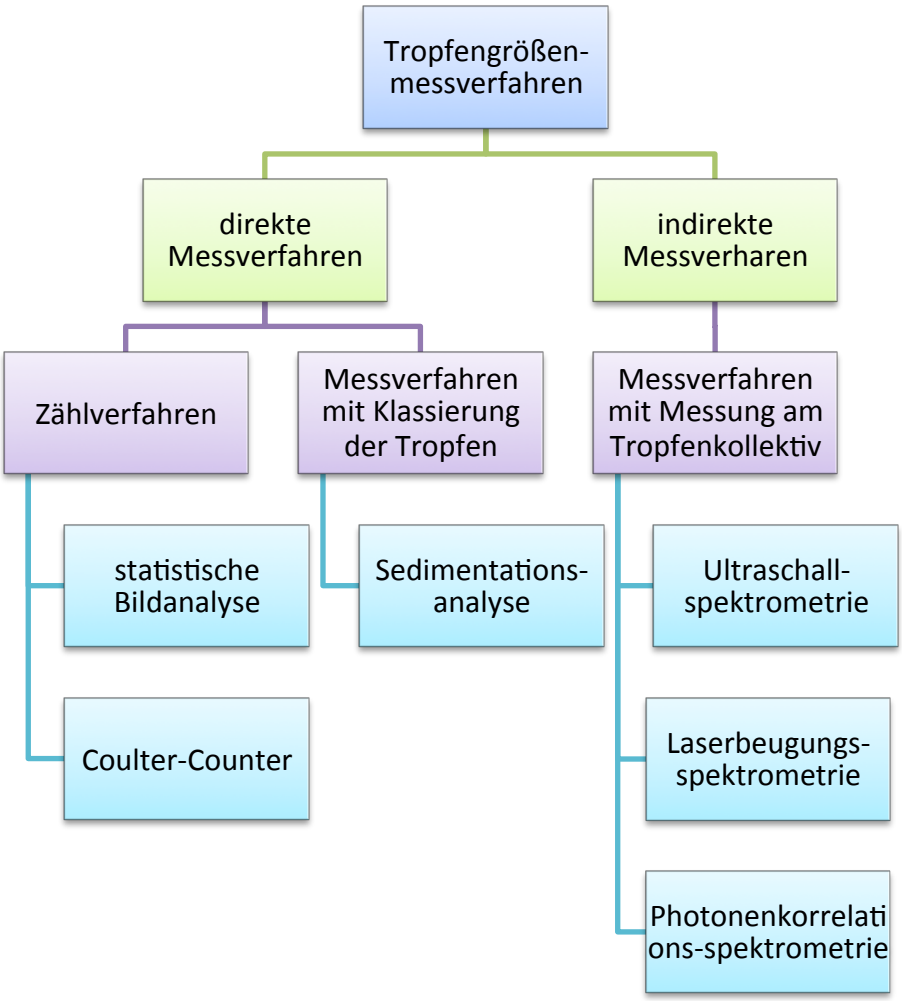


Abb. 12: Messverfahren zur Bestimmung der Tropfengrößenverteilung in der Emulgiertechnik

Die statistische Bildanalyse gehört zu den direkten Messverfahren. Hierbei werden die Tropfen optisch gemessen. Es kann nahezu jedes bildgebende Verfahren verwendet werden, wodurch die Umrisse der Tropfen klar erkennbar dargestellt werden können. Die Auswertung erfolgt in der Regel digital. Dies kann sowohl manuell mit Hilfe einer Digitalisiertabelle oder vollautomatisch mittels geeigneter Software erfolgen. Vorteile der Bildanalyse liegen darin, dass auch die Form der Tropfen beurteilt werden kann. Außerdem kann sie zur Kontrolle anderer Messverfahren herangezogen werden.

Bei dem Sedimentationsverfahren wird von einem Verfahren mit Klassierung der Tropfen gesprochen (siehe Abb. 12), da eine Auftrennung des Tropfenkollektives durch die verschiedenen Sinkgeschwindigkeiten der unterschiedlich großen Tropfen erfolgt. Für die Tropfengrößen in einer O/W-Emulsion ergeben sich in einem Labor-Standzylinder mit einer Höhe von 35 cm folgende Sedimentationszeiten (Gaukel und Bernewitz 2012):

100 µm – Minuten bis Stunden
10 µm – Tage
1 µm – Monate

Um den Sedimentationsvorgang zu beschleunigen wird oft eine Zentrifuge eingesetzt. Hierdurch kann der Vorgang schon bei 1 µm großen Tropfen auf einige Minuten reduziert werden. Die Sedimentationsgeschwindigkeit lässt sich mit dem Stoke'schen Gesetz berechnen (siehe 3.1.2) (Gaukel und Bernewitz 2012).

Mithilfe eines Photosedimentometers oder einer NIR-Quelle kann die Partikelgröße ebenfalls bestimmt werden. Hierbei beträgt die Messdynamik jedoch gut zwei Dekaden. Die Sedimentationsanalyse wird häufig zur Messung der Langzeitstabilität von Emulsionen herangezogen und nicht ausschließlich für die Bestimmung der Partikelgröße verwendet (Gaukel und Bernewitz 2012).

Die Methode der Laserbeugung (auch Laserdiffraktometrie) beruht auf der Tatsache, dass ein Laserstrahl von kleinen Partikeln stärker gebeugt wird als von größeren. Mit einem Detektor werden die Lichtbeugungen registriert (siehe Abb. 13). Weil die Größen der Beugungswinkel umgekehrt proportional zur Größe der Partikel sind, kann die Partikelgröße ermittelt werden. Partikelkollektive verursachen jedoch eine Überlagerung der Beugungsbilder. Im Gegensatz zu dem in Abb. 13 dargestellten einfachen Aufbau ist die Auswertung eher kompliziert (Stieß 2009). Durch geeignete Softwaresysteme können die entstehenden komplexen Interferenzmuster schnell mathematisch ausgewertet werden. Es wird sich auf die Theorien nach Mie oder Fraunhofer berufen. Hierbei wird angenommen, dass jedes Partikel kugelförmig ist. Mit der Methode der Laserbeugung ist es möglich einen sehr großen Messbereich zu erfassen. Dieser reicht von einigen Nanometern bis hin zu mehreren Millimetern (Stieß 2009).

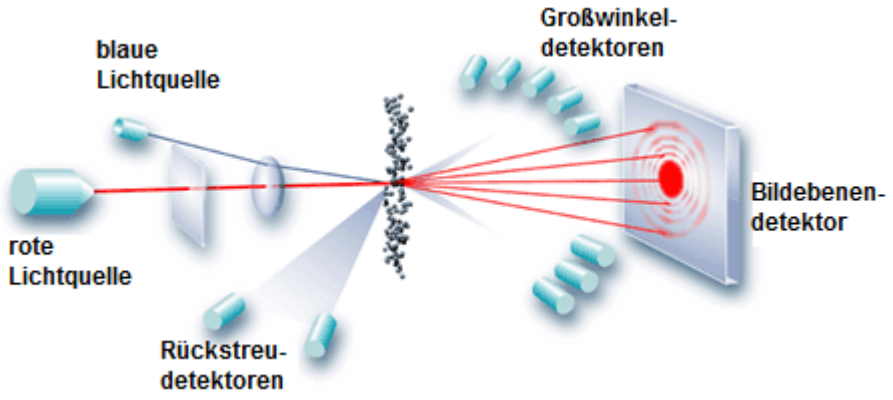


Abb. 13: Aufbau eines Laserdiffraktometers (Malvern 2013)

4 Material und Methoden

In diesem Kapitel werden die angewandten Methoden zur Herstellung und Charakterisierung der O/W-Emulsionen dargestellt. Zunächst wird auf die Materialien und den Prozessaufbau der vorliegenden Untersuchung eingegangen. Hierzu gehören sowohl das verwendete Stoffsystem, als auch das Modulare MikroReaktions System (MMRS). Im Anschluss daran wird die angewandte Methode vorgestellt. Hierzu werden die Prozess- und Zielparameter ermittelt und das Analyseverfahren erläutert. Den Abschluss dieses Kapitels bildet eine kurze Vorstellung der statistischen Versuchsplanung.

4.1 Materialien und Prozessaufbau

4.1.1 Stoffsystem

Als kontinuierliche Phase wird bei der Evaluierung des Mikromischers Leitungswasser mit einem Härtegrad von bis zu 8,4°dH verwendet. Es wird Leitungswasser gewählt, um bereits in der experimentellen Phase die Nähe zur industriellen Anwendung in der Lebensmittelindustrie herzustellen. Bei der Durchführung der zweiten Versuchsphase (Einfluss von Temperatur und Energieeintrag auf das Emulgierergebnis) muss jedoch festgestellt werden, dass es beim Einsatz von Natriumdodecylsulfat (SDS) in Zusammenhang mit Leitungswasser zur Schlierenbildung kommt. Dies führt zu einem erhöhten Reinigungsaufwand und zu häufigen Störungen im Versuchsablauf. Um diesem entgegen zu wirken, wird in den folgenden Versuchen destilliertes Wasser verwendet. Außerdem wird die Konzentration von SDS herabgesetzt. Die Veränderung der Emulgatorkonzentration hat jedoch Auswirkungen auf die Stabilität der Emulsion. Daher muss der zeitliche Ablauf der Messreihen angepasst werden (siehe Kapitel 5).

Im Rahmen dieser Arbeit werden Emulgatoren verwendet, die stark hydrophile Eigenschaften aufweisen. Dies erleichtert den Versuchsablauf erheblich. Um einen störungsfreien Ablauf zu ermöglichen, dürfen im System keine Feststoffpartikel größer 25 µm eingebracht werden. Auf eine vollständige Auflösung des eingesetzten Emulgators ist daher zu achten. Durch stark hydrophile Emulgatoren wird dies begünstigt.

Bei der Evaluation des Schlitzplatten-Mikromischers wird ein leicht löslicher und dennoch sehr stark wirkender Emulgator eingesetzt. Hierbei kommt es auf die Funktionalität des Mikromischers und die Einflüsse unterschiedlicher Parameter an, nicht aber auf die Funktion des Emulgators (siehe Kapitel 3.2). Zu diesem Zweck wird hier der Emulgator Natriumdodecylsulfat (SDS) eingesetzt. Es wird eine möglichst hohe Konzentration gewählt, damit die Effekte der Emulgatorkonzentration außer Acht gelassen werden können. Da die maximale Löslichkeit von SDS 150 g/l (siehe 4.1.2) beträgt, wird eine SDS-Konzentration von 0,5 %

(*w/w*) bezogen auf die kontinuierliche Phase gewählt. Wie bereits erwähnt, ist festgestellt worden, dass es bei dem Einsatz von SDS durch Schlierenbildung zu Schwierigkeit im Versuchsablauf kommt. Daher wird in der zweiten Versuchsphase die SDS-Konzentration auf 0,05 % (*w/w*), bezogen auf die kontinuierliche Phase, reduziert.

Üblicherweise wird die Konzentration des Emulgators auf die zu emulgierende disperse Phase bezogen. Da die eingesetzten Emulgatoren jedoch in der kontinuierlichen (wässrigen) Phase gelöst werden, bietet es sich an, die Konzentration auf diese Phase zu beziehen. Dies erleichtert den Versuchsablauf bei der Untersuchung unterschiedlicher O/W-Konzentrationen stark. Würde die Konzentration auf die disperse Phase bezogen werden, müsste bei jedem Einstellungsparameter der Vorlagebehälter ausgetauscht und das System gespült werden. Dies betrifft nur die Evaluation des Schlitzplatten Mikromischers. In allen folgenden Versuchen wird die O/W-Konzentration konstant gehalten. Die Emulgatorkonzentration in der hergestellten Emulsion ändert sich dadurch nicht.

Zur Evaluation verschiedener Emulgatoren werden Polysorbat 80 (Tween 80), enzymatisch modifiziertes Soja-Lecithin (F 580) und Milchphospholipide LIPAMIN M20 (M 20) verwendet. Zum Vergleich wird auch der bisher verwendete Emulgator SDS eingesetzt. Die Auswahl der Emulgatoren beruht auf folgende Anforderungen:

- ✓ Starke hydrophile Eigenschaften
- ✓ Häufige Anwendung in der Lebensmittelindustrie

Lecithin ist einer der bedeutendsten Emulgatoren in der Lebensmittelindustrie (siehe 3.2.3). Durch eine enzymatische Modifizierung erhält dieser Emulgator verbesserte hydrophile Eigenschaften (siehe 4.1.2). Daher wird zu Evaluation enzymatisch modifiziertes Soja-Lecithin (F 580) der Firma LECICO GmbH eingesetzt.

Ein Großteil der, in der Lebensmittelindustrie eingesetzten Emulgatoren, sind veresterte Fettsäuren. Um im Vergleich zu dem natürlich gewonnen Lecithin einen synthetischen Emulgator zu verwenden, kommen die Emulgatoren „Tween“ und „Span“ in Frage. Da der HLB-Wert von en bei 10-16 liegt und der HLB-Wert von Sorbitanen <10 ist, überwiegen bei Tween die hydrophilen Eigenschaften (siehe 3.2.3). Bei der Evaluation verschiedener Emulgatoren wird daher Tween 80 verwendet.

In der Lebensmittelindustrie werden heutzutage vermehrt Milchphospholipide den Lebensmitteln zugesetzt (siehe 3.2.3). Dies wird jedoch nicht wegen der emulgierenden Eigenschaften des Stoffes gemacht, sondern der ernährungsphysiologischen Vorteile wegen (siehe Anhang II). Da Milchphospholipide auf Grund Ihres Molekülaufbaus emulgierende Eigenschaften aufweisen und der Einsatz von Milchphospholipiden als innovative Anwendung gilt, soll

als Emulgator LIPAMIN M20 (M 20) in die Evaluation mit aufgenommen werden. Des Weiteren sollen hiermit die Vorteile der Mikroverfahrenstechnik zur Evaluation von sehr hochwertigen Materialien aufgezeigt werden. Bei der Evaluation verschiedener Emulgatoren werden die Emulgatoren mit folgenden Konzentrationen eingesetzt:

Tab. 6: Zur Evaluation verwendete Emulgatoren mit ihrer jeweiligen Einsatzkonzentration

Emulgator	**Handelsname**	**Konzentration bezogen auf die disperse Phase in % (*w/w*)**	**Konzentration bezogen auf die kontinuierliche Phase in % (*w/w*)**
Milchphospholipide auf einem Träger	LIPAMIN M20	4,75	0,25
Enzymatisch modifiziertes Soja-Lecithin	F 580	4,75	0,25
Polysorbat 80	Tween 80	0,95	0,05
Natriumdodecylsulfat	SDS	0,95	0,05

Als disperse Phase wird für die Herstellung der Emulsionen Sonnenblumenöl mit einer Viskosität von 68,9 mm^2/s und einer Dichte von ~0,92 g/cm^3 bei 20°C verwendet.

4.1.2 Stoffdaten der Emulgatoren

Im Folgenden werden die eingesetzten Emulgatoren näher erläutert.

SDS – Natriumdodecylsulfat

SDS ist ein anionisches Tensid, welches in Deutschland nicht in der Lebensmittelindustrie zugelassen ist. Im Rahmen dieser Arbeit wird es dennoch verwendet, da sich der Emulgator aufgrund seines einfachen Aufbaus und der starken Wirkung sehr gut für ein Screening des Prozesses eignet.

Technische Daten:

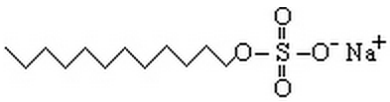
Bezeichnung **Natriumdodecylsulfat**

Summenformel: $C_{12}H_{25}NaO_4S$

Molmasse: 288,38 g/mol

Löslichkeit: 150 g/l

Schmelzpunkt: 204 - 207 °C

Strukturformel: 

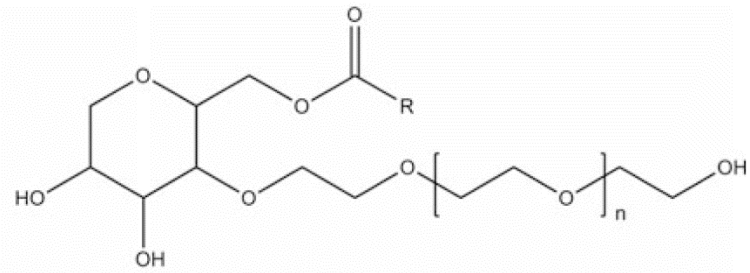
Tween 80 – Polysorbat 80

Tween 80 ist ein nichtionisches Tensid welches zu der Gruppe der Polysorbate gehört. Es handelt sich hierbei um einen synthetisch hergestellten Emulgator, der nach der Zusatzstoffzulassungsverordnung ZZulV §7 nur begrenzt in Lebensmitteln zugesetzt werden darf. Die erlaubte Menge hängt dabei von dem jeweiligen Lebensmittel ab. Der Emulgator ist bei Raumtemperatur flüssig und gut in Wasser löslich.

Technische Daten:

Bezeichnung:	**Polysorbat 80**
	Polyoxyethylen-sorbitan-monooleat
Handelsname:	Tween 80
E-Nummer:	E 433
Summenformel:	$C_{64}H_{124}O_{26}$
Molmasse:	1309,66 g/mol
Löslichkeit:	löslich in Wasser und Alkohol
HLB-Wert:	15

Strukturformel:



F 580 - enzymatisch modifiziertes Sojalecithin

F 580 ist ein enzymatisch modifiziertes Sojalecithin der Firma LECICO GmbH (siehe Anhang III). Es handelt sich dabei um einen Emulgator, der sowohl als Netzmittel, Stabilisator, Trennmittel, Schmiermittel und als Dispersionsmittel geeignet ist. F 580 fällt nach der ZZulV unter die E-Nummer 322 und ist damit ‚quantum satis' allgemein in Lebensmitteln zugelassen.

Soja-Lecithin wird aus dem Rohöl der Sojabohne gewonnen. Bei dem enzymatisch modifizierten Lecithin wird das Enzym Phospholipase A2 zur Hydrolyse eingesetzt. Durch diesen Vorgang entsteht das Lysolecithin, welches besonders hydrophile Eigenschaften aufweist. Der Emulgator ist daher besonders geeignet zur Herstellung von O/W-Emulsionen (Stephan 1999).

Technische Daten:

Bezeichnung:	**Enzymatisch modifiziertes Soja-Lecithin**
Handelsname:	**F 580 IPM**
E-Nummer:	E 322
Feuchtigkeit:	1,0 %
Säurezahl:	45 mg KOH / g
Viskosität:	12 Pas
HLB-Wert:	7-11

M 20 – Lipamin 20

Das Produkt Lipamin 20 (M 20) der Firma LECICO GmbH besteht aus Milchphospholipiden auf einem Träger (siehe Anhang IV). Es handelt sich um ein Milchproteinkonzentrat mit einer hohen Phospholipidkonzentration. Das Produkt dient als Zusatz in Babynahrung. Es kann als Milch-Lecithin oder als Molkenprotein gekennzeichnet werden und ist damit allgemein in Lebensmitteln zugelassen. Das Produkt wird nicht als Emulgator eingesetzt. Durch die Zusammensetzung kann jedoch darauf geschlossen werden, dass es positive Emulgiereigenschaften in O/W-Emulsionen aufweist.

Zusammensetzung:

Milchfeststoff	**> 95 %**
Phospholipide	**16,0 – 21,0 %**
PE	5,0 – 5,5 %
PC	4,0 – 5,5 %
PI	0,5 – 1,8 %
PS	1,0 – 2,5 %
SM	3,5 – 5,0 %
Ceramide	1,5 – 2,5 %
Ganglioside	0,3 – 0,6 %
Protein	**50,0 – 60,0 %**

4.1.3 Mikrosystem

Für die Durchführung der Untersuchung wird das Mikrosystem (MMRS) der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS verwendet. Es handelt sich hierbei um ein modulares System. Es besteht aus einer Grundplatte, drei Ein- und Auslässen sowie einem Mikromischer. Der verwendete Schlitzplatten-Mikromischer besteht aus einer Mischplatte und einer Blendenplatte, die in einem Edelstahlgehäuse zusammengehalten werden. In Abb. 14 ist eine Explosionsansicht des Mischers dargestellt. Die Platten sowie das Gehäuse des Mischers bestehen aus Edelstahl. Die Misch- und Blendenplatte (siehe Abb. 15) werden mit einer Metallplatte und drei Schrauben zusammenhalten. Eine Dichtung verhindert das Austreten des Mediums aus dem Gehäuseblock. Zur Positionierung auf der Grundplatte ist eine Kunststoffplatte unter dem Mischer angeschraubt.

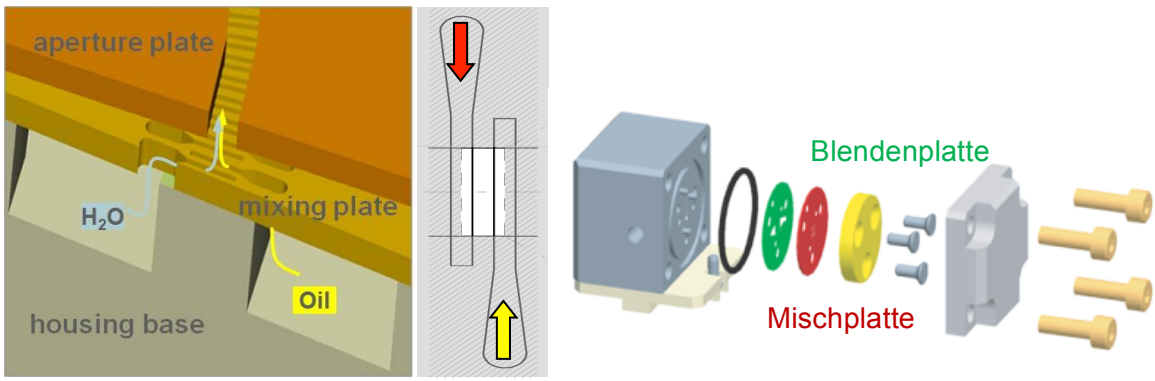


Abb. 14: Schematische Darstellung des Mischprinzips (links) Explosionsansicht des Schlitzplatten-Mikromischers (rechts)

Bei dem Schlitzplatten-Mikromischer handelt es sich um ein statisches System. Die Medien werden in den Blick hineingepumpt und so durch die Schlitze gedrückt. In Abb. 14 ist der Mischvorgang schematisch dargestellt. Die zu mischenden Medien werden durch die beiden Öffnungen an den Seiten des Mischers in den Mischer eingeführt und zunächst durch die Schlitze der Mischplatte gedrückt. Wird zum Beispiel Öl und Wasser gemischt, so treten die Medien immer nebeneinander aus den Schlitzen aus. Der Auslaufbereich wird durch die Breite des Schlitzes in der Blendenplatte (siehe Abb. 15) bestimmt.

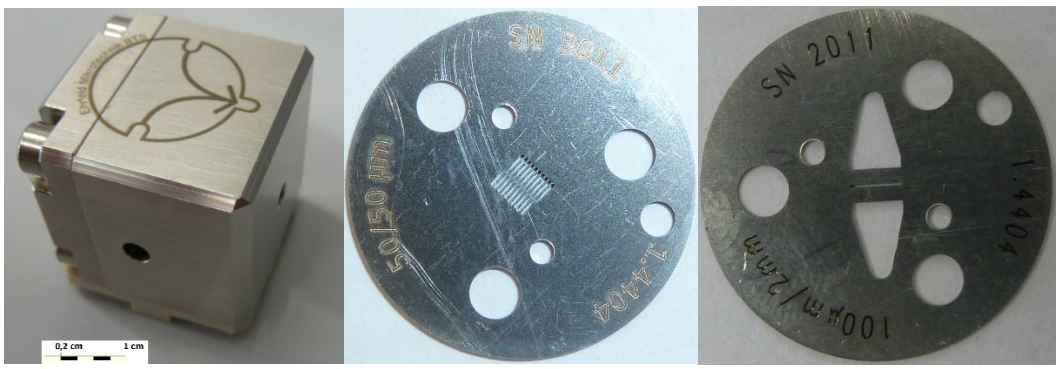


Abb. 15: Schlitzplatten-Mikromischer der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS (links), Mischplatte (Mitte) und Blendenplatte (rechts)

Es sind viele Blendenplatten mit unterschiedlichen Schlitzbreiten verfügbar. In der vorliegenden Arbeit werden die folgenden drei Blendenplatten verwendet:

1: Schlitzbreite 25 µm; Schlitzlänge 2 mm
2: Schlitzbreite 50 µm; Schlitzlänge 2 mm
3: Schlitzbreite 100 µm; Schlitzlänge 2 mm

Auch für die Mischplatten sind unterschiedlichste Variationen verfügbar. Die Platten unterscheiden sich in der Anzahl und in der Breite der Schlitze. Auch Platten mit unterschiedlichen Schlitzbreiten der beiden zu mischenden Medien sind möglich. Diese Platten werden in dieser Arbeit jedoch nicht verwendet. In dieser Arbeit werden folgende Mischplatten verwendet (3 + 3 bedeutet 3 Schlitze für Medium 1 und 3 Schlitze für Medium 2, ergibt insgesamt 6 Schlitze):

A: Schlitzbreite 25 µm, Schlitzanzahl 3 + 3
B: Schlitzbreite 25 µm, Schlitzanzahl 6 + 6
C: Schlitzbreite 25 µm, Schlitzanzahl 20 + 20
D: Schlitzbreite 50 µm, Schlitzanzahl 7 + 7

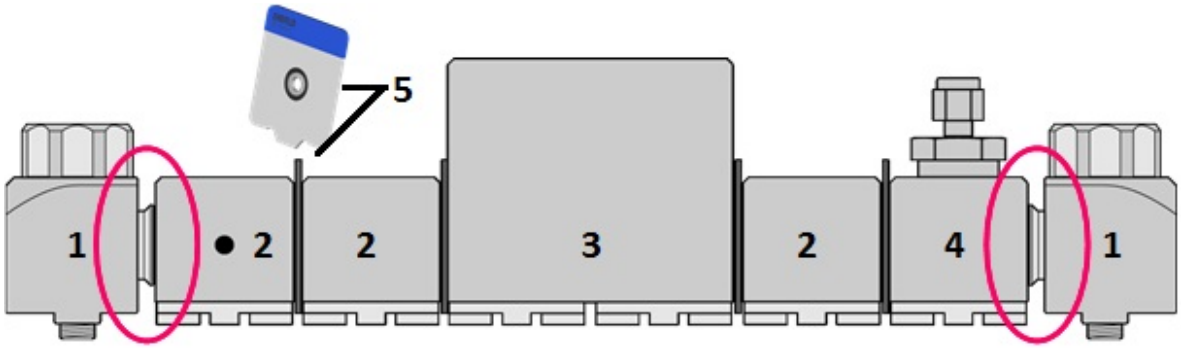


Abb. 16: Schematische Darstellung des zusammengesteckten Mikrosystems; 1 – Spannmodul, 2 - Kanalmodul, 3 – Verfahrenstechnische Komponente, 4 – Ein-/Auslassmodul, 5 – Dichtungsplatte

Das MMRS besteht neben dem Mikromischer noch aus Ein- und Auslassmodulen, Spannmodulen und einer Grundplatte, auf der alles fixiert wird. Die Module werden wie bei einem Steckbaukasten auf die Grundplatte gesetzt. Mithilfe der Spannmodule werden alle Teile fixiert (siehe Abb. 16 (roter Kreis)). Zur Abdichtung der einzelnen Module werden Dichtungsplatten zwischen die Module gesteckt. Diese bestehen, genau wie die Ein- und Auslassmodule, aus Edelstahl. Sie verfügen über ein Loch in der Mitte. Hier ist ein Metallring, umgeben von einem O-Ring aus Kunststoff, eingesteckt (Siehe Abb. 16). In der Abb. 17 ist das verwendete zusammengesteckte Mikrosystem dargestellt. Die Ein- und Auslassmodule sind mit 1/8‘‘ Kunststoffkapillaren verbunden.

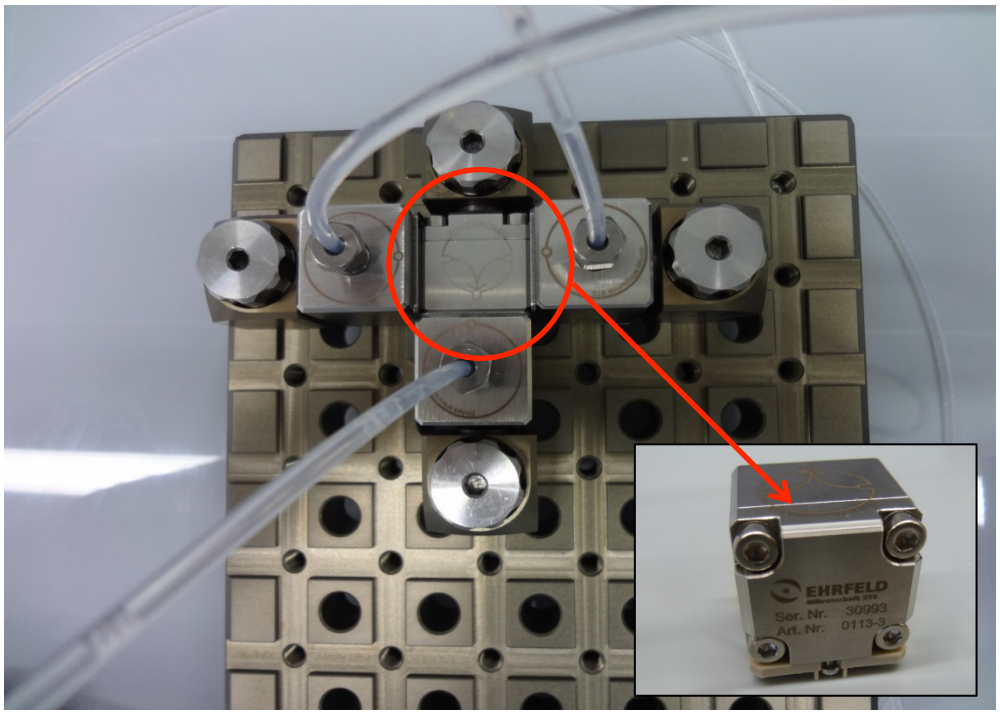


Abb. 17: Abbildung des verwendeten zusammengesteckten Mikrosystems

4.1.4 Prozessaufbau

Der gesamte Versuchsaufbau besteht aus zwei Vorlage- und einem Auffangbehälter, zwei Pumpen, dem Mikrosystem sowie einigen Armaturen und Ventilen. Bei den Pumpen handelt es sich für die Förderung der dispersen Phase um eine Mikrozahnradpumpe MCP-Z 186 der Firma Mahr. Diese Pumpe hält einem Gegendruck von ~10 bar stand. Zur Sicherung der Pumpe ist daher ein Überdruckventil von 10 bar druckseitig nahe der Pumpe eingebaut. Zur Förderung der wässrigen (kontinuierlichen) Phase wird eine Mikrozahnringpumpe mzr-7205 der Firma HNPM Mikrosysteme eingesetzt (siehe Anhang II). Diese Pumpe hält ebenfalls einem Gegendruck von 10 bar stand. Zur Sicherung ist hier ein variables Überdruckventil eingebaut, welches auf ~9 bar eingestellt ist. Um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten, ist hier noch zusätzlich ein Rückschlagventil saugseitig eingebaut. Als Rohrleitungen dienen im System PTFE-Schläuche mit einem Außendurchmesser von 1/8“. Da die Pumpe zur Förderung der kontinuierlichen Phase nur über Anschlüsse mit einem Außendurchmesser von 6 mm verfügt, werden hier die größeren PTFE-Schläuche mit einem Außendurchmesser von 6 mm verwendet. Mithilfe eines Reduzierstückes werden diese zwischen Pumpe und Mikrosystem auf 1/8‘‘ reduziert. In Abb. 18 ist der gesamte Versuchsaufbau schematisch dargestellt.

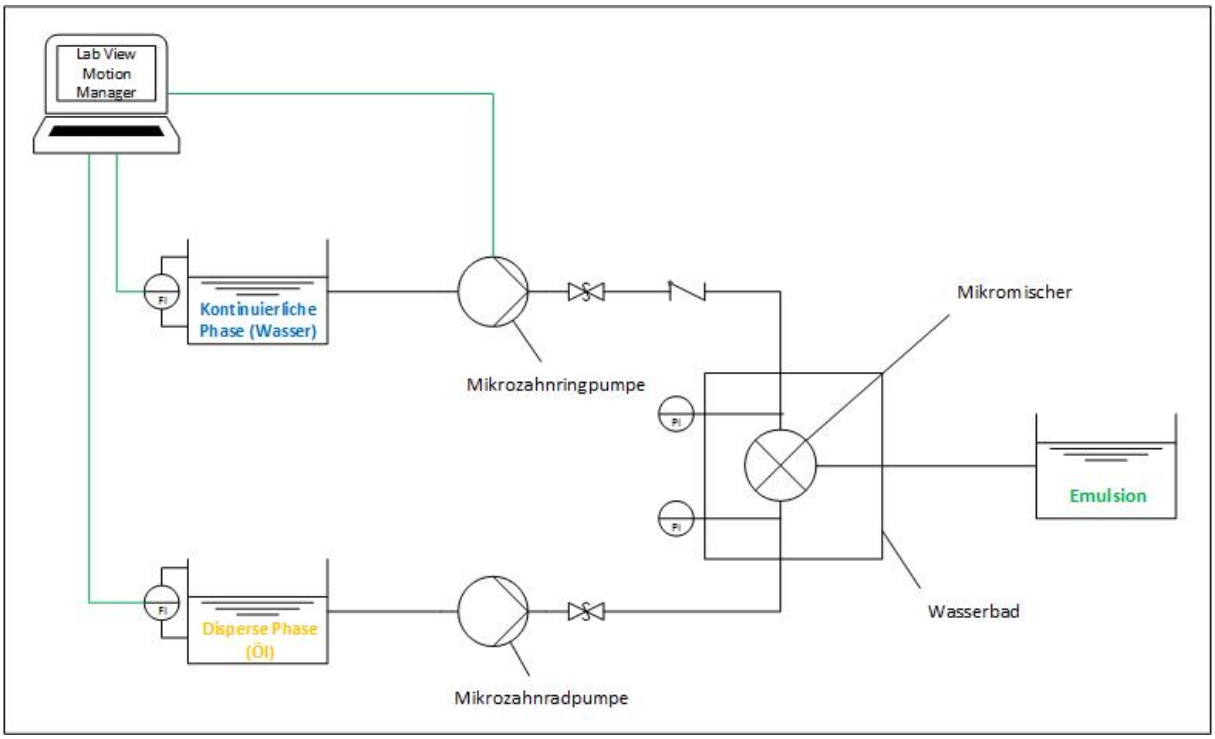


Abb. 18: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus

Für die Regelung der Pumpe mzr-7205 wird die Software Motion Manager verwendet. Die Pumpe MCP-Z 186 wird über einen Frequenzumrichter manuell gesteuert. Des Weiteren wird der Durchfluss gravimetrisch bestimmt. Hierzu werden die Vorlagebehälter auf jeweils einer Waage platziert, die mit der Software LabView über einen PC gesteuert werden. Durch eine geeignete Programmierung wird der aktuelle Durchfluss in g/min dargestellt.

Als Temperiervorrichtung werden die Kunststoffkapillaren um eine 1 m lange Edelstahl-Kapillare am Einlass der dispersen und am Einlass der kontinuierlichen Phase ergänzt. Diese werden zusammen mit dem Mikrosystem in einem Wasserbad temperiert (siehe Abb. 18). Die Edelstahlkapillaren verfügen über eine bessere Wärmeleitung als Kunststoffkapillaren. Daher kann die Rohrstrecke reduziert werden, um so den Druckverlust möglichst gering zu halten.

4.2 Methoden

4.2.1 Prozessparameter

Der Prozess wird mithilfe der Pumpen gesteuert. Der Durchfluss wird über die Drehzahl geregelt, welcher gravimetrisch mit einer Waage bestimmt wird. Die Summe des Massenstroms der kontinuierlichen und der dispersen Phase ergeben den Gesamtdurchfluss $\dot{m}_{ges}$. Mit Hilfe der Dichte beider Phasen kann der Gesamtdurchfluss in den Volumenstrom $\dot{V}_{ges}$ umgerechnet werden. Die Geschwindigkeit v_{ges} im Bereich der Blendenplatte ergibt sich aus dem Volumenstrom und der Querschnittsfläche A_M des Mischers. Hierbei ergibt sich die Fläche A_M aus der Mischgeometrie. Diese wird durch die Kombination der Misch- und Blendenplatte

bestimmt. Dabei ergibt sich die Fläche aus der Anzahl der Schlitze n_M, dem Durchmesser der Schlitze D_M und dem Durchmesser des Schlitzes der Blendenplatte D_B:

$$v_{ges} = \frac{\dot{V}_{ges}}{A_M} \tag{4.1}$$

$$A_M = n_M \cdot D_M \cdot D_B \tag{4.2}$$

Die Konzentration der Emulsion wird ebenfalls mithilfe der Pumpen geregelt. Soll eine Konzentration eingestellt werden, so muss das Verhältnis beider Massenströme konstant gehalten werden. Dadurch wird auch die Geschwindigkeit bestimmt. Es bestehen folgende Abhängigkeiten zwischen den Parametern:

$$E_k = f(T, \dot{m}_k)\ ;\ E_d = f(T, \dot{m}_d) \tag{4.3}$$

$$c_{ges} = f(\dot{m}_k, \dot{m}_d) \tag{4.4}$$

$$v_{ges} = f(E_k, E_d) \tag{4.5}$$

$$d_{90} = f(c_{ges}, v_{ges}, T) \tag{4.6}$$

In Abb. 19 sind die Abhängigkeiten schematisch dargestellt. Von links nach rechts sind die Parameter gemäß dem Prozessablauf aufgeführt. Zunächst wird der Massenstrom $\dot{m}_k$ und $\dot{m}_d$ mit Hilfe der verwendeten Pumpentechnik eingestellt. Nachdem die Fluide die Pumpen passiert haben, erfahren sie durch die im Wasserbad liegende Edelstahlkapillare einen Temperatureinfluss $T_{k,d}$. Direkt vor den Mischerzuläufen wird der Energieeintrag E_k und E_d mit Hilfe von Manometern bestimmt. Durch die, mit unterschiedlichen Massenströmen geförderten Fluide, ergibt sich innerhalb des Mischers unmittelbar nach der Mischzone eine O/W-Konzentration c_{ges}. Wird der Energieeintrag nicht bestimmt, so kann auch die Geschwindigkeit v_{ges} innerhalb der Mischzone bestimmt werden. Diese ergibt sich rechnerisch aus den Massenströmen (siehe Formel (4.1) und (4.2)). Im Rahmen der Evaluation des Schlitzplatten-Mikromischers wird dieser Parameter anstelle der Energieeinträge verwendet. Die Tropfengröße d_{90} ist von der Geschwindigkeit oder der Konzentration abhängig, wobei sich diese aus den Energieeinträgen ergeben. Diese wiederum sind abhängig von der Temperatur und von den Masseströmen. Die Mischgeometrie wurde in der Darstellung vernachlässigt, ist jedoch genauso von Bedeutung.

Unter Berücksichtigung der genannten Abhängigkeiten können einige Parameter von der Untersuchung ausgeschlossen werden. Aus den Massenströmen ergibt sich unter Berücksichtigung der Temperatur direkt der Energieeintrag. Wird die Temperatur erfasst, so können

die Massenströme vernachlässigt werden. Wie bereits erwähnt kann die Geschwindigkeit innerhalb des Mischers synonym für den Gesamtenergieeintrag verwendet werden. In diesem Falle können die disperse und die kontinuierliche Phase jedoch nicht getrennt voneinander betrachtet werden.

Aufgrund der komplexen Zusammenhänge ergibt sich also eine recht komplizierte Steuerung der einzelnen Parameter, die zunächst durch Vorversuche experimentell ermittelt werden muss. Um nicht auf jede einzelne Einstellung eingehen zu müssen, ist hier ein Beispiel für die Prozessführung dargestellt.

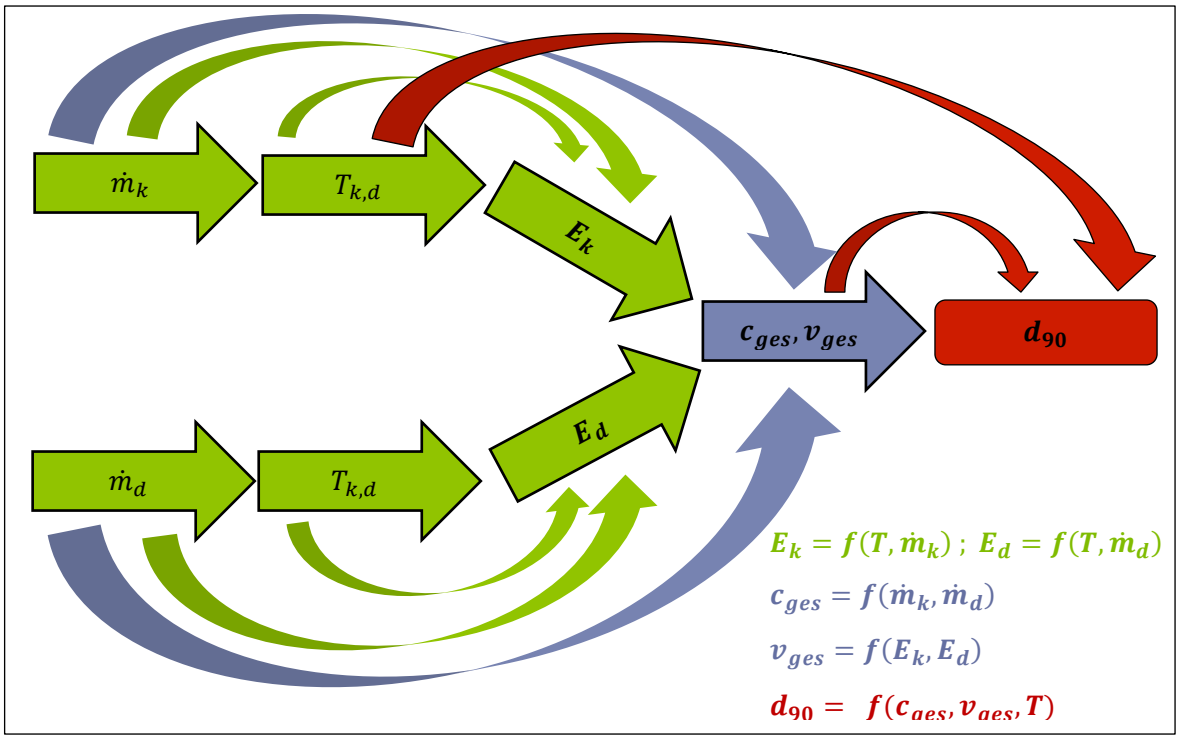


Abb. 19: Zusammenhänge der Prozessparameter

Beispiel: Einstellungsparameter

Es sollen folgende Prozessparameter eingestellt werden:

c_{ges}= 5 %

E_k= 6,5 bar =10^5 J/m^3

T= 45 °C

Folgende Einstellungen müssen vorgenommen werden:

$\dot{m}_k$= 78 g/min

$\dot{m}_d$= 3,8 g/min

T= 45 °C

E_d= ergibt sich automatisch durch die Konzentrationseinstellung und ist temperaturabhängig

Es ist darauf hinzuweisen, dass die Stoffeigenschaften hier nicht berücksichtigt wurden. So ist in Abb. 19 dargestellt, dass der Druck beider Phasen direkt von der Prozesstemperatur abhängig ist. Der Druck selbst ist jedoch nur durch die veränderten Stoffeigenschaften von der Temperatur abhängig. So kann sich ein Gas bei einer Temperaturerhöhung ausdehnen, wodurch der Druck ansteigt. In dem vorliegenden Prozess ändert sich das Volumen der Medien durch die Temperatur nur wenig. Die kontinuierliche Phase (Wasser) ändert sich durch die erhöhte Temperatur nur sehr gering. Die disperse Phase (Öl) ändert sich jedoch sehr stark, was sich bei der Viskosität des Stoffes äußert. Die durch eine Temperaturerhöhung verringerte Viskosität führt so zu einer indirekten Drucksenkung, da niedriger viskose Medien einen geringeren Energieaufwand benötigen, um die Mischplatte passieren zu können. Des Weiteren kann eine Veränderung der Temperatur zu einer veränderten Funktion der Emulgatoren führen. Grund dafür ist die Abhängigkeit der Dispergiereigenschaften eines Emulgators von der Temperatur.

4.2.2 Zielparameter

Zur Quantifizierung der Emulsionen wird die Tropfengröße der Öltropfen in der Emulsion analysiert. Wie bereits in Kapitel 3.1.2 beschrieben ist die Stabilität einer Emulsion von der Partikelgröße abhängig. Je größer der Durchmesser der Tropfen, desto größer ist die Sedimentationsgeschwindigkeit. Als Kenngrößen für den Tropfengrößendurchmesser werden in der Literatur der Sauterdurchmesser $d_{3,2}$ oder der Lageparameter des 90 %-Quantil $x_{90,3}$ verwendet (Köhler 2010; Schuchmann 2012).

Bei der Betrachtung einer bimodalen Verteilung wird der Sauterdurchmesser sehr stark durch die Bimodalität der Kurve verfälscht und sagt daher nichts über die tatsächliche Stabilität der Emulsion aus. Der Lageparameter $x_{90,3}$ ist ein volumenbezogener Parameter, der Auskunft über die maximale Größe der Tropfen gibt. Es ist zu berücksichtigen, dass in diesem Fall von 90 % und nicht von 100 % gesprochen wird. Aufgrund der Messgenauigkeit ist es nicht sinnvoll den Lageparameter für das 100 %-Quantil zu verwenden.

Für die vorliegenden Untersuchungen wird daher der volumenbezogene Tropfengrößendurchmesser $d_{90,3}$ verwendet. Um eine Aussage über das Emulgierergebnis treffen zu können, reicht jedoch nicht die alleinige Angabe eines Tropfengrößendurchmessers. Es wird häufig der Variationskoeffizient verwendet, um auch eine Aussage über die Verteilungsbreite treffen zu können. Eine einfachere Ausführung des Variationskoeffizienten stellt der sogenannte Span-Wert dar. Dieser wird aus den Lageparametern des 10 %, 50 % und 90 %-Quantils errechnet (siehe Formel (4.7)) (Lambrich et al. 2010).

Da eine klare Aussage über die Verteilungsbreite nur bei Monomodalen Verteilungen gegeben werden kann, soll im Rahmen dieser Arbeit jeweils für diese Verteilungen der Span-Wert ermittelt werden.

$$span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \tag{4.7}$$

4.2.3 Analyseverfahren

Zur Bestimmung der Tropfengröße und der Tropfengrößenverteilung wird ein Malvern Mastersizer 2000 verwendet. Alle Proben werden einer Standardvorgehensweise (SOP) unterzogen, um handhabungsbedingte Fehler ausschließen zu können. Vorversuche haben gezeigt, dass sich die Tropfengrößenverteilung in der Emulsion mit einer SDS-Konzentration von 0,5% (*w/w*) nach einer Stunde nicht mehr verändert. Da bei der Versuchsdurchführung nicht gewährleistet werden kann, dass die Probe unmittelbar nach der Entnahme gemessen wird, werden alle Proben eine Stunde stehen gelassen, bevor sie mittels Mastersizer 2000 untersucht werden. Die Emulsionen mit einer geringeren Emulgatorkonzentration oder mit einem anderen Emulgator werden dagegen direkt nach den Probenahmen gemessen. Durch den Prozessablauf kommt es zu kleinen Unterschieden in der Verweilzeit zwischen Probenahme und Messung. Um diese Fehler möglichst gering zu halten, werden diese Proben erneut nach genau 5 Minuten gemessen. Aus beiden Messungen wird der Mittelwert errechnet. Bei jeder Einstellung werden 3 Proben genommen und einzeln vermessen. Aus den drei Ergebnissen wird der Mittelwert gebildet und die Standardabweichung errechnet. In der vorliegenden Arbeit wird die Standardabweichung als Fehlerindikator verwendet.

Um eine repräsentative Messung durchführen zu können, muss zunächst eine geeignete SOP ermittelt werden. Mithilfe einiger Vorversuche konnte folgende SOP zur Analyse von O/W-Emulsionen festgelegt werden:

1) Justierung des Systems
2) Messung des Hintergrundes
3) Abfrage der Probenbezeichnung (Eingabe durch Anwender)
4) Abfrage zur Bestätigung des Messhintergrundes (Anwender)
5) Probeneingabe Verdunklungsrate 5 – 7 % (Anwender)
6) Bestätigung der Probeneingabe
7) Start der Messung
8) Ende der Messung
9) Zugabe von Spülmittellösung
10) 2 Spülvorgänge

Die Reinigung des Systems erfolgt manuell. Nach jeder Messung erfolgen zwei Reinigungsdurchläufe. Hierzu wird jeweils destilliertes Wasser in die das Probengefäß gegeben, die Pumpe eingeschaltet und anschließend wieder entleert. Der Messhintergrund muss immer wieder kontrolliert werden. Zeigt der Messhintergrund zu starke Verschmutzungen an, müssen die Fenster gereinigt werden. Hierzu muss die Messzelle demontiert werden. Um die Verunreinigung der Öl-Tropfen an den Fenstern möglichst gering zu halten, hat sich gezeigt, dass die Zugabe eines Tropfens einer Spülmittellösung (20 % (*v/v*) Pril in H_2O; Hersteller Henkel) vor der Entleerung des Systems sinnvoll ist. Rückstände der Spülmittellösung im System haben keine Auswirkungen auf das Messergebnis. Dies konnte durch Zugabe der Lösung vor der Messung gezeigt werden.

4.2.4 Statistische Versuchsplanung

Die statistische Versuchsplanung dient zur effizienteren Planung und Auswertung von Versuchsreihen. Diese Methode ist universell in allen Bereichen der experimentellen Forschung einsetzbar. Sowohl die Auswertung und der Aufbau von Versuchsplänen als auch die Planung des notwendigen Stichprobenumfangs sind Inhalt der statischen Versuchsplanung. (Siebertz et al. 2010)

Um eine statistische Versuchsplanung durchführen zu können, müssen zunächst die Systemgrenzen festgelegt werden. Hierzu sind auch die Eingangsgrößen und die Zielgrößen zu definieren, wobei die Eingangsgrößen in die variablen (Einflussgrößen) und die nicht variablen Größen unterteilt werden.

<u>Einflussgrößen</u>

Als Eingangsgrößen werden alle Parameter bezeichnet, die einen Einfluss auf das System haben. Damit sind sowohl die verstellbaren Größen als auch die fixen Größen gemeint. Zunächst werden bei der statistischen Versuchsplanung alle möglichen Parameter aufgelistet. In dem Versuchsplan sind jedoch nur die Parameter enthalten, die während der Versuchsreihe variiert werden sollen. Diese Parameter werden als Einflussgrößen oder auch Faktoren bezeichnet (Siebertz et al. 2010). Im Rahmen dieser Arbeit sollen viele voneinander abhängige Parameter untersucht werden (siehe 4.2). Da die Komplexität des Systems nicht mit einem Versuchsplan alleine untersucht werden kann, werden mehrere kleinere Versuchspläne verwendet. Um die Ergebnisse im Nachhinein vergleichen zu können, werden auch alle konstant gehaltenen Parameter als Faktoren mit aufgeführt. Es ergeben sich folgende Faktoren:

- Geometrie des Mischers
  - Schlitzanzahl der Mischplatte (n_M)
  - Schlitzbreite der Mischplatte (D_M)
  - Schlitzbreite der Blendenplatte (D_B)
- Geschwindigkeit (v_{ges})
- Konzentration (c_{ges})
- Energieeintrag gesamt (E_{ges})
- Energieeintrag kontinuierliche Phase (E_k)
- Energieeintrag disperse Phase (E_d)
- Temperatur (T)
- Emulgator

Bei der Betrachtung der Faktoren ist zu berücksichtigen, dass sich die Geschwindigkeit v_{ges} direkt aus dem Energieeintrag und anders herum ergibt. Beide Parameter können daher synonym verwendet werden. Für die Erfassung der Geschwindigkeit ist jedoch keine Messapparatur (Manometer) notwendig, wodurch der Druckverlust verringert werden kann. In den ersten Versuchen zur Evaluierung des Systems wird daher die Geschwindigkeit als Einflussgröße herangezogen. In allen weiteren Versuchen wird auf Grund der Vergleichbarkeit mit der Literatur der Energieeintrag als Einflussgröße verwendet.

Zielgrößen

Die Zielgrößen stellen die Qualitätsparameter dar. Es handelt sich hierbei also um die bereits beschriebenen Zielparameter (siehe 4.2.2):

- Tropfengröße (d_{90})
- Verteilungsbreite ($Span$)

4.2.4.1 Versuchsdesign

Bei einem herkömmlichen Versuchsdesign gilt das Prinzip alle Parameter konstant zu halten und immer nur einen Parameter zu variieren. Dies lässt jedoch keine Interpretation darüber zu, welchen Einfluss die unterschiedlichen Parameter aufeinander haben.

Beim Design von statistischen Versuchsplänen wird darauf geachtet, dass alle Parameter gleichmäßig verteilt sind. So lässt sich mathematisch auch bei kleinen Wechselwirkungen eine Aussage treffen (Siebertz et al. 2010). Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird die Grundform eines statistischen Versuchsplan dargestellt, der 2^n-Faktorenplan.

Der 2^n-Faktorenplan ermöglicht es mit einer geringen Versuchsanzahl wesentliche und unwesentliche Einflussfaktoren, bezogen auf eine Zielgröße zu ermitteln. Dabei bedeutet die 2, dass alle Einflussgrößen auf zwei Niveaus getestet werden (hoch, niedrig). Das n steht für die Faktoren (Einflussgrößen). Mit Hilfe eines 2^n-Faktorenplans können Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Faktoren bewertet werden. Es kann jedoch keine Aussage darüber getroffen werden, ob es sich um einen linearen oder nichtlinearen Zusammenhang handelt. Für das erste Screening ist dies jedoch vollkommen ausreichend. Die mit Hilfe dieses Versuchsplans ermittelten wesentlichen Parameter können im Nachhinein mit umfangreicheren Versuchsreihen untersucht werden (Siebertz et al. 2010). Zu Beginn dieses Absatzes wurden bereits die Einflussgrößen, also die Faktoren des Systems festgelegt. Da es sich hierbei um 10 Faktoren handelt, würde sich ein 2^{10}-Faktorenplan ergeben, woraus 1.024 Kombinationsmöglichkeiten entstehen würden. Je mehr Parameter kombiniert werden, desto stärker wird der Operationsbereich eingeschränkt. Die Systemgrenzen rücken also näher zusammen. Um die Anzahl an Versuchen zu reduzieren und einen möglichst großen Prozessbereich abzudecken, werden jeweils maximal drei Faktoren variiert. Es ergibt sich also ein 2^3-Faktorenplan mit $2^3 = 8$ Kombinationsmöglichkeiten:

Tab. 7: Codierter Versuchsplan (2^3-Faktorenplan)

	Faktoren			Zielgröße
i	A	B	C	y
1	+	+	+	y_1
2	-	+	+	y_2
3	+	-	+	y_3
4	-	-	+	y_4
5	+	+	-	y_5
6	-	+	-	y_6
7	+	-	-	y_7
8	-	-	-	y_8

Die einzelnen Versuchspläne zu den Versuchen sind jeweils bei den einzelnen Versuchsabschnitten dargestellt (siehe 6.1, 7.1 und 8.1).

4.2.4.2 Statistische Auswertung

Im Rahmen der statistischen Versuchsplanung gibt es unterschiedlichste Methoden zur Auswertung der Versuchsergebnisse. Die Korrelationsanalyse und Regressionsanalyse sind zwei sehr häufig genannte Methoden. Voraussetzung hierfür ist jedoch eine gewisse Anzahl an Wiederholungen. Da dies im Rahmen dieser Arbeit nicht gegeben ist wird auf diese Methoden nicht weiter eingegangen. Eine von Anzahl der Wiederholungen unabhängige Versuchsauswertung ist die Analyse der sogenannten Effekte und Wechselwirkungen. Hierbei wird die Wirkung eines Faktors auf das Gesamtsystem analysiert.

Der Effekt eines Faktors ergibt sich aus der Differenz der Mittelwerte der maximalen und minimalen Einstellung. Der Effekt des Faktors Mischplatte ergibt sich also wie folgt (Siebertz et al. 2010):

$$E_A = \frac{y_2 + y_4 + y_6 + y_8}{4} - \frac{y_1 + y_3 + y_5 + y_7}{4} \qquad (4.8)$$

Tab. 8: Berechnung der Effekte. MW steht für Mittelwert.

	Faktoren			Zielgröße
	A	B	C	y
	+	+	+	y_1
	-	+	+	y_2
	+	-	+	y_3
	-	-	+	y_4
	+	+	-	y_5
	-	+	-	y_6
	+	-	-	y_7
	-	-	-	y_8
+ MW	+	+	+	
- MW	-	-	-	
Effekt	E_A	E_B	E_C	

Die Effekte können nun in einem Diagramm dargestellt werden. Hier können sie mit den unterschiedlichen Ausprägungen abgelesen werden.

5 Versuchsdurchführung

Bei der Herstellung der Emulsionen wird der Emulgator immer in der kontinuierlichen Phase vorgelegt. Die Medien, kontinuierliche Phase und disperse Phase, werden dem System dabei bei Raumtemperatur (23 °C) zugeführt. Die Prozessparameter werden gemäß Kapitel 4.2 eingestellt. Sind die Einstellungen vorgenommen, wird nach zwei Minuten die Probe am Auslaufbehälter entnommen. So kann sichergestellt werden, dass das Emulgierergebnis tatsächlich auf die vorgenommenen Einstellungen beruht.

Beim Einsatz des Emulgators SDS in hoher Konzentration (0,5 % (*w/w*)) wird die gesamte Versuchsreihe abgeschlossen und im Anschluss daran die Tropfengrößenmessung durchgeführt. Vorversuche haben gezeigt, dass sich die Größe nach ca. einer Stunde eingestellt hat und sich kurzfristig nicht mehr ändert. Es werden jeweils zwei Proben entnommen und daraus der Mittelwert gebildet.

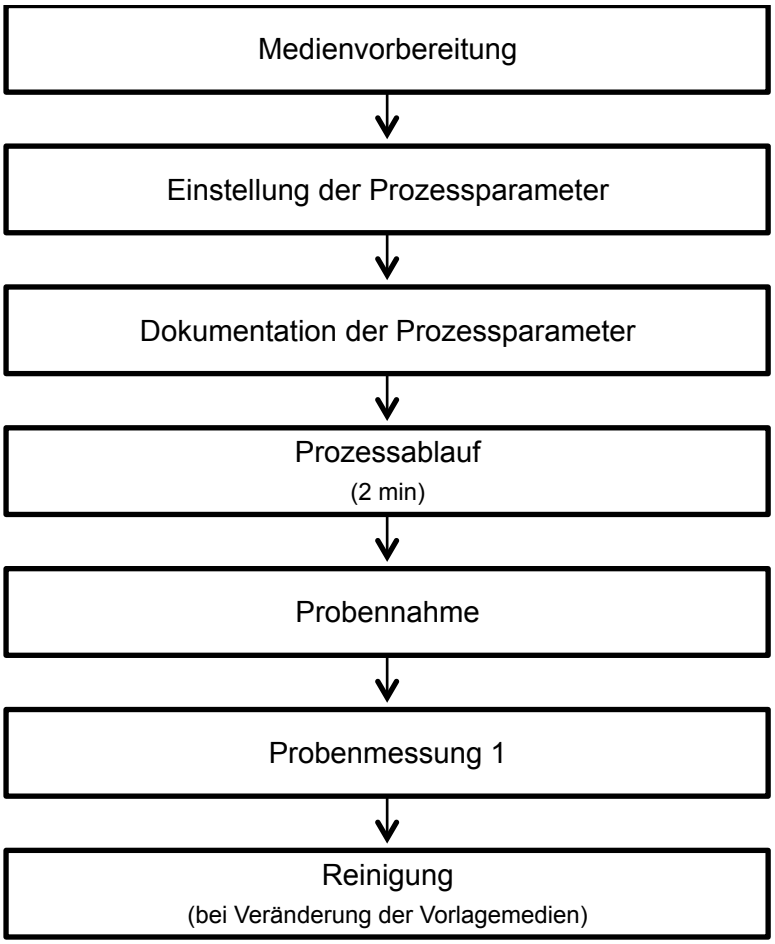


Abb. 20: Prozessablaufdiagramm zur Untersuchung einer Einstellung des Systems

Es hat sich gezeigt, dass eine geringere SDS Konzentration einen störungsfreieren Betrieb ermöglicht. Daher wird nach den Versuchen zur Evaluierung des Systems eine geringere Konzentration verwendet. Diese Veränderung hat zur Folge, dass die hergestellten Emulsionen instabiler sind. Die Messung der Tropfengröße muss daher direkt nach der Herstellung erfolgen. Es wird also nach jeder Einstellung direkt die Messung der Tropfengröße vorgenommen. Es ergibt sich eine ablaufbedingte Zeitspanne von 3 Minuten zwischen der Probenahme und der Tropfengrößenmessung. Um den dadurch entstehenden Fehler zu minimieren wird nach genau 5 Minuten eine zweite Messung durchgeführt. Aus beiden Werten wird der Mittelwert bestimmt. Bei dem Einsatz weiterer Emulgatoren wird ebenso verfahren.

Reinigung

Das System wird jeweils beim Wechsel der Medien auf der Seite der kontinuierlichen Phase mit Leitungswasser einige Minuten gespült. Das Öl wird dabei mit geringem Massenstrom weiter gefördert um das Eindringen von Wasser in die falschen Kanäle zu verhindern. Nach Abschluss einer Versuchsreihe oder einer Pause der Versuche muss das System mit Isopropanol gereinigt werden. Hierzu wird in beide Vorlagebehälter Isopropanol gegeben und bei mittlerem Massenstrom so lange gespült, bis im Auslaufbehälter nur noch klare Flüssigkeit austritt (ca. 5 min). Kommt es zu einem starken Druckanstieg und Austreten von Flüssigkeit an den Sicherheitsventilen, ist der Mikromischer blockiert. In diesem Fall muss das Wasser im Wasserbad abgelassen werden und der Mikromischer entnommen. Das Mikrosystem wird komplett demontiert. Der Mischer wird in alle Einzelteile zerlegt und die Misch- und Blendeplatte im Ultraschallbad gereinigt. Bevor das System remontiert werden kann, müssen die Kapillaren gespült werden. Dieses erfolgt mit Isopropanol. Nun kann das System wieder zusammengesetzt werden. Dieser Vorgang ist sehr aufwendig, bei einer Blockade jedoch zwangsläufig notwendig. Um einen möglichst störungsfreien Ablauf zu ermöglichen, müssen die Medien partikelfrei vorbereitet werden und eine Kontamination während des Prozesses ausgeschlossen werden.

6 Evaluation eines Schlitzplatten-Mikromischers zur Produktion von O/W-Emulsionen

Bei einem ersten Screening der Funktionalität des Schlitzplatten-Mikromischers werden die Parameter Mischgeometrie, Geschwindigkeit und O/W-Konzentration untersucht. Die Energieeinträge werden zunächst nicht erfasst. Stattdessen wird die Geschwindigkeit berücksichtigt. Außerdem wird die Temperatur bei 23°C konstant gehalten und als Emulgator SDS mit einer Konzentration von 0,5 % (*w/w*) verwendet.

6.1 Versuchsplan

Die Mischgeometrie ergibt sich aus drei Parametern (siehe 4.2.1). Es werden also folgende Einflussgrößen variiert:

A – Breite der Blende
B – Anzahl der Schlitze
C – Breite der Schlitze
D – Geschwindigkeit
E – Konzentration

Aus diesen Einflussgrößen ergibt sich ein 2^5-Versuchsdesign. Zwischen den Parametern Geschwindigkeit und Geometrie liegt eine direkte Abhängigkeit. Aus diesem Grund können nicht alle Parameter gleichzeitig untersucht werden. Die Prozessgrenzen rücken zu dicht zusammen. Außerdem ergibt sich aus einem 2^5-Versuchsplan eine zu große Anzahl an Prozesseinstellungen. Daher werden mehrere Versuchspläne parallel durchgeführt. Um die codierten Pläne in der Praxis anwenden zu können, müssen den Faktoren jeweils zwei Niveaus zugeordnet werden. Hierbei ist zu beachten, dass die Codierung für die Einstellung steht, die nach Erwartungen bessere Ergebnisse liefert. In den folgenden Tabellen sind die Versuchspläne mit den zugehörigen Faktorenplänen dargestellt.

Tab. 9: Untersuchung der Faktoren Blendenplatte, Geschwindigkeit und Konzentration

	A	D	E
1	+	+	-
2	+	+	+
3	+	-	-
4	+	-	+
5	-	+	-
6	-	+	+
7	-	-	-
8	-	-	+

Faktor	Einflussgröße	-	+
A	Breite der Blende	100 µm	50 µm
D	Geschwindigkeit	6 m/s	3 m/s
E	Konzentration (*w/w*)	5 %	10 %
B	Anzahl der Schlitze	konstant	6+6
C	Breite der Schlitze	konstant	25 µm

Tab. 10: Untersuchung der Faktoren Mischplatte (Anzahl der Schlitze), Geschwindigkeit und Konzentration

	B	D	E
1	-	+	-
2	-	+	+
3	-	-	-
4	-	-	+
5	+	+	-
6	+	+	+
7	+	-	-
8	+	-	+

Faktor	Einflussgröße	-	+
B	Anzahl der Schlitze	6+6	20+20
D	Geschwindigkeit	6 m/s	3 m/s
E	Konzentration (*w/w*)	5 %	10 %
A	Breite der Blende	konstant	100 µm
C	Breite der Schlitze	konstant	25 µm

Tab. 11: Untersuchung der Faktoren Mischplatte (Schlitzbreite) und Geschwindigkeit

	C	D
1	-	+
2	+	+
3	-	-
4	+	-

Faktor	Einflussgröße	-	+
C	Breite der Schlitze	25 µm	50 µm
D	Geschwindigkeit	11 m/s	6 m/s
A	Breite der Blende	konstant	100 µm
B	Anzahl der Schlitze	konstant	20+20 7+7
E	Konzentration (*w/w*)	konstant	5 %

Tab. 12: Untersuchung der Faktoren Mischplatte (Schlitzbreite) und Konzentration

	C	E
1	-	-
2	+	-
3	-	+
4	+	+

Faktor	Einflussgröße	-	+
C	Breite der Schlitze	25 µm	50 µm
E	Konzentration (*w/w*)	5 %	10 %
A	Breite der Blende	konstant	100 µm
B	Anzahl der Schlitze	konstant	6+6 7+7
D	Geschwindigkeit	konstant	6 m/s

6.2 Ergebnisse

In der folgenden Tabelle sind alle Versuchsergebnisse zur Bestimmung der Einflüsse ausgewählter Parameter auf das Emulgierergebnis dargestellt. Diese ermittelten Werte für die Tropfengröße werden für alle folgenden Berechnungen herangezogen. Die Untersuchung hat gezeigt, dass bei allen Einstellungen der Parameter eine bimodale Verteilung erzeugt wird (siehe Abb. 21). Es konnte ein minimaler Tropfendurchmesser $x_{90,3}$ von 13,3 µm erzeugt werden. Hierzu wurde eine Schlitzplatte mit 7+7 Schlitzen und einer Schlitzbreite von 50 µm verwendet. Bei der Beurteilung der eingestellten Parameter ist darauf hinzuweisen, dass nicht alle Kombinationen der Parameter realisiert werden konnten. Der größte Tropfendurchmesser wurde mit einer Schlitzplatte mit 6+6 Schlitzen und einer Schlitzbreite von 25 µm erzielt. Hier wurde die geringstmögliche Einstellung der Geschwindigkeit von 3 m/s genutzt.

Zur Beurteilung des Einflusses der einzelnen Parameter auf den Emulgiereffekt wird im Folgenden die Analyse der Effekte durchgeführt.

Tab. 13: Versuchsergebnisse zur Bestimmung der Einflüsse ausgewählter Parameter auf das Emulgierergebnis

	Blende (µm)	Schlitzanzahl	Schlitzbreite (µm)	Geschwindigkeit (m/s)	Massenkonzentration (%)	$d_{90,3}$ (µm)	$d_{3,2}$ (µm)
1	100	6	25	3	5	50,486	5,465
2	100	6	25	3	10	76,090	7,635
3	100	6	25	6	5	21,685	3,550
4	100	6	25	6	10	25,803	3,926
5	100	7	50	6	5	47,757	5,695
6	100	7	50	6	10	66,727	7,289
7	100	7	50	11	5	13,334	2,850
8	100	20	25	3	5	49,624	5,881
9	100	20	25	3	10	82,428	8,487
10	100	20	25	6	5	38,464	4,511
11	100	20	25	6	10	39,078	4,564
12	100	20	25	6	5	29,151	4,402
13	100	20	25	11	5	14,346	3,040
14	50	6	25	3	5	57,175	6,699
15	50	6	25	3	10	60,574	8,789
16	50	6	25	6	10	34,903	4,401
17	50	6	25	6	5	40,462	4,678

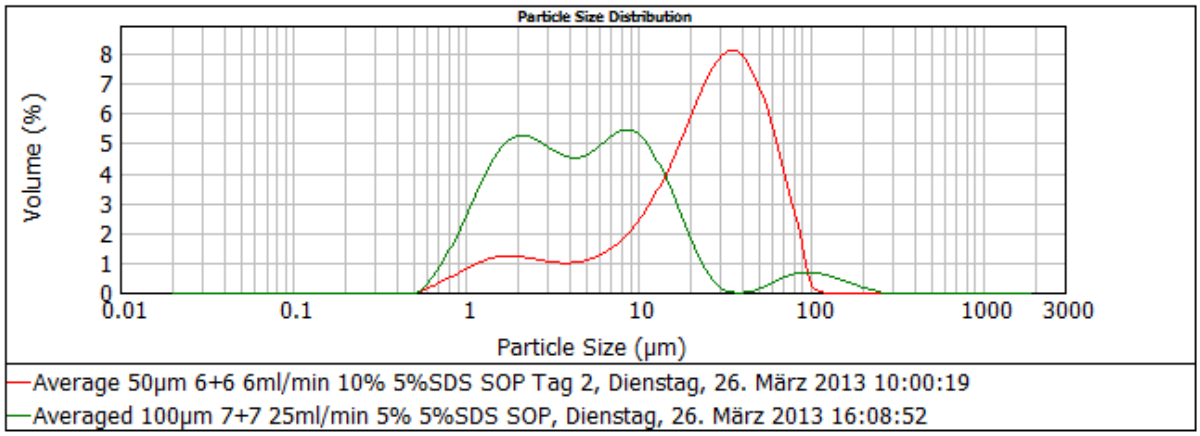
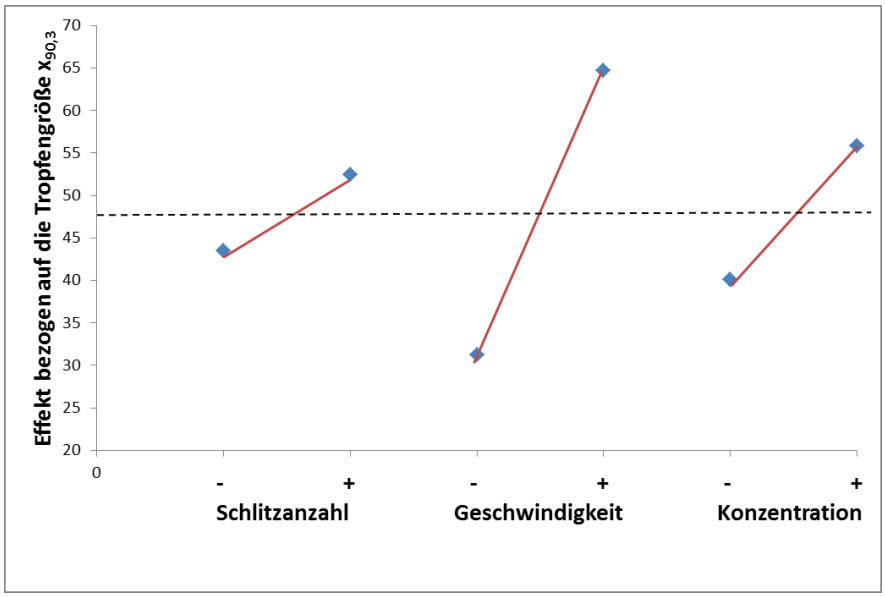


Abb. 21: Darstellung der Partikelgrößenverteilung der günstigsten (grün) und der ungünstigsten (rot) Einstellung.

6.4 Effekte

Bei der ersten Versuchsreihe werden die Parameter Blendenplatte und Schlitzbreite konstant gehalten, um den Effekt der Schlitzanzahl beurteilen zu können. Außerdem werden die Parameter Geschwindigkeit und Konzentration untersucht. In Abb. 22 sind die erzielten Effekte dargestellt. Es wird deutlich, dass eine Erhöhung der Schlitzanzahl einen negativen Effekt auf das Emulgierergebnis hat. Die Tropfen werden größer. Dieser Effekt ist jedoch wesentlich geringer als der Effekt durch die Veränderung der Geschwindigkeit. Die Erhöhung der Geschwindigkeit führt zu wesentlich kleineren Tropfendurchmessern. Auch die Konzentration hat einen nennenswerten Einfluss auf das Emulgierergebnis. Anhand Abb. 22 kann folgendes Zwischenfazit gezogen werden:



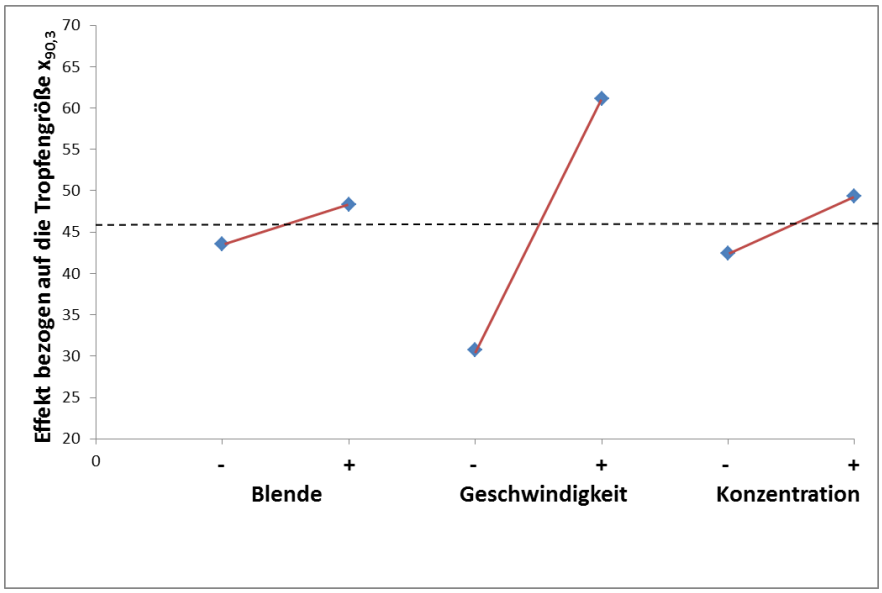
Faktor	Effekt
Schlitzanzahl	8,9
Geschwindigkeit	33,4
Konzentration	15,8

Abb. 22: Abbildung der Effekte bezüglich der Parameter Schlitzanzahl, Geschwindigkeit und Konzentration. Die eingesetzte Blendenplatte hat eine Schlitzbreite von 100 µm. Die Schlitzbreite der Mischplatte beträgt 25 µm.

Um das bestmögliche Ergebnis zu erzielen, muss die Anzahl der Schlitze möglichst klein gehalten werden, eine möglichst hohe Geschwindigkeit erzeugt werden und die Ölkonzentration möglichst gering gewählt werden.

In **Abb.** 23 sind die Effekte der Blendenplatte, der Geschwindigkeit und der Konzentration dargestellt. Die Geometrie der Mischplatte wurde hierbei konstant gehalten. Auch hier wird sehr deutlich, dass die Geschwindigkeit einen sehr großen Einfluss auf die Tropfengröße hat. Außerdem ist festzustellen dass eine Vergrößerung der Blendenplatte einen positiven Effekt auf das Emulgierergebnis hat. Dieser ist jedoch nicht größer als der Effekt der Konzentrationsänderung. Hier lässt sich daher folgendes Zwischenfazit ziehen:

Eine Vergrößerung der Blendenplatte und die Verringerung der Öl-konzentration führen zu einem besseren Emulgierergebnis, wobei die Veränderung der Geschwindigkeit einen wesentlich größeren Einfluss auf die Tropfengröße hat.



Faktor	Effekt
Blende	4,8
Geschwindigkeit	30,4
Konzentration	6,9

Abb. 23: Abbildung der Effekte bezüglich der Parameter Blendenplatte, Geschwindigkeit und Konzentration. Die Geometrie der Mischplatte mit 6+6 Schlitzen und einer Schlitzbreite von 25 µm ist konstant.

Zur Beurteilung der Schlitzbreite bezüglich des Emulgiereffektes sind zwei Versuchsreihen durchgeführt worden. Anhand Abb. 24 und Abb. 25 wird deutlich, dass die Verringerung der Schlitzbreite einen positiven Effekt auf das Emulgierergebnis hat. Dieser Effekt ist in Abb. 25 weniger stark als in Abb. 24 ausgeprägt. Hier ist zu beachten, dass die Schlitzbreite zwischen 20+20 und 7+7 variiert, welches das Ergebnis negativ beeinflusst, da die Erhöhung der Schlitzanzahl einen negativen Einfluss auf die Tropfengröße hat (siehe Abb. 22). Da eine Kombination aus unterschiedlichen Schlitzbreite bei gleich bleibender Schlitzanzahl mit den vorliegenden Mischplatten nicht möglich ist kann hier keine genaue Beziehung hergestellt werden. Des Weiteren kann der Effekt der Konzentration und der Geschwindigkeit mit dieser Versuchsreihe ebenfalls bestätigt werden. Folgendes Zwischenfazit kann gezogen werden:

Je schmaler die Schlitzbreite in der Mischplatte gewählt wird, desto kleinere Tropfen können erzeugt werden.

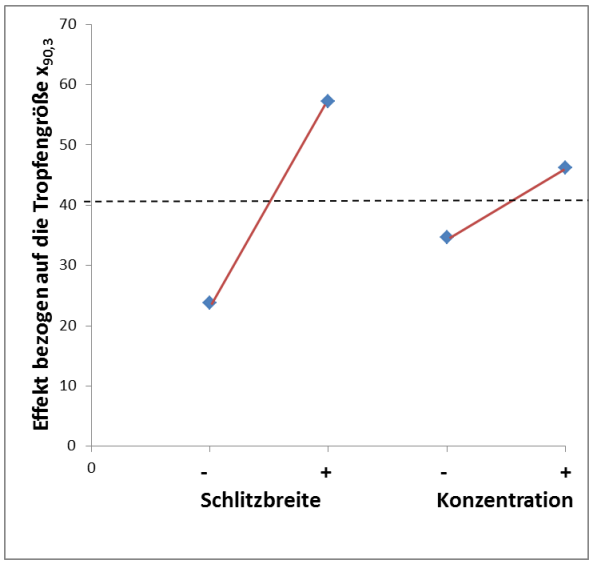


Abb. 24: Darstellung der Effekte bezüglich der Parameter Schlitzbreite und Konzentration. Die Geschwindigkeit ist konstant und beträgt 6 m/s. Die eingesetzte Blendenplatte hat eine Schlitzbreite von 100µm und die Schlitzanzahl variiert zwischen 6+6 und 7+7 Schlitzen.

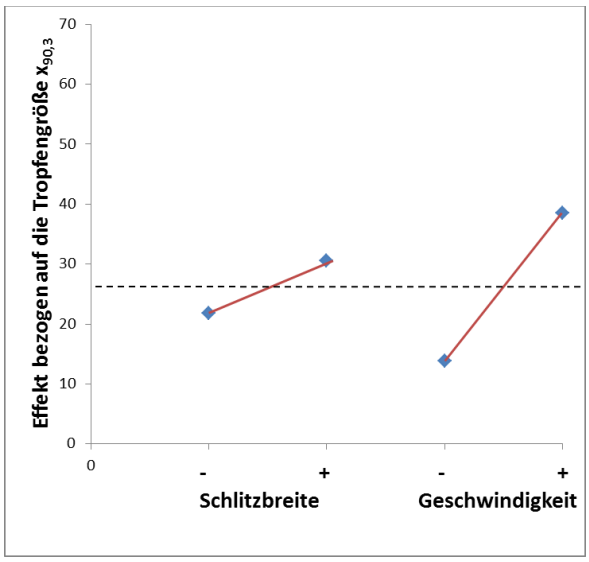


Abb. 25: Darstellung der Effekte bezüglich der Parameter Schlitzbreite und Geschwindigkeit. Die Konzentration ist konstant und beträgt 5% (*w/w*). Die eingesetzte Blendenplatte hat eine Schlitzbreite von 100µm und die Schlitzanzahl variiert zwischen 20+20 und 7+7 Schlitzen.

Bezüglich der Untersuchung der Effekte sollten die Faktoren folgendermaßen verändert werden, um ein optimales Emulgierergebnis zu erzielen:

- Faktor A: Die Blendenplatte sollte möglichst große Schlitzbreiten aufweisen
- Faktor B: Die Schlitzanzahl sollte möglichst gering gehalten werden
- Faktor C: Die Schlitzbreite sollte möglichst klein gewählt werden
- Faktor D: Die Geschwindigkeit sollte möglichst hoch eingestellt werden
- Faktor E: Die Konzentration sollte möglichst gering gewählt werden

6.5 Wechselwirkungen

Bisher wurden in dieser Arbeit nur Aussagen über die Haupteffekte der einzelnen Parameter getroffen. Im folgenden Kapitel werden die Wechselwirkungen der Effekte untereinander untersucht.

Zur Beurteilung der Wechselwirkungen ist in Tab. 14 eine Matrix der Parameter mit allen untersuchten Wechselwirkungen dargestellt. Eine Beurteilung der Kombinationen der Parameter A, B und C untereinander sind auf Grund des Versuchsaufbaus nicht möglich. Die Tabelle zeigt, dass zwischen allen Parametern mit Ausnahme der Kombination B und E Wechselwirkungen auftreten. Dies bedeutet, dass die Veränderung der Konzentration eine Veränderung des Emulgiereffektes hat, ohne von der Veränderung der Schlitzanzahl verstärkt oder abgeschwächt zu werden.

Eine Abschwächung eines Effektes durch einen anderen ist grundsätzlich zu erwarten. Dies kann an einem Beispiel veranschaulicht werden: „Zwei Kinder, die zusammen in einem Ruderboot rudern, kommen nicht doppelt so schnell vorankommen wie ein Kind alleine.“ Diese Art der Wechselwirkungen trifft auf die Kombinationen aus Blende und Geschwindigkeit, Blende und Konzentration sowie Schlitzanzahl und Geschwindigkeit zu.

Positive Wechselwirkungen (verstärkende Effekte) treten bei der Kombination des Parameters Schlitzbreite und Konzentration sowie Schlitzbreite und Geschwindigkeit auf.

Bei alleiniger Betrachtung der Wechselwirkungen kann angenommen werden, dass eine Veränderung der Blendeplatte keinen so großen Effekt auf die Tropfenzerkleinerung hat wie die Veränderung der Schlitzbreite in der Mischplatte. Unter Berücksichtigung der Haupteffekte kann diese Aussage zusätzlich unterstützt werden, da der Haupteffekt der Blende mit 4,76 im Gegensatz zu dem Haupteffekt der Schlitzbreite (33,5) relativ gering ist.

Die größten Wechselwirkungen liegen zwischen den Parametern Konzentration und Geschwindigkeit. Diese wirken sich verstärkend auf die jeweiligen Parameter aus. In der Tab. 14 sind für diese Wechselwirkung zwei Werte angegeben. Diese ergeben sich aus der ersten

und der zweiten Versuchsreihe. Es wurden jeweils 3 Parameter untersucht. Da hier Dreifachwechselwirkungen auftreten (siehe Tab. 14), kann der jeweilige wahre Effekt nicht ermittelt werden. Wird die Differenz zwischen den Wechselwirkungen der Parameter B/D/E und A/D/E gebildet, so ergibt sich die Differenz zwischen den Effekten der Parameter D und E.

Tab. 14: Darstellung der Wechselwirkungen der einzelnen Parameter

	A	B	C	D	E
A	-	-	-	-9,18	-7,97
B	-	-	-	-6,15	0,92
C	-	-	-	9,81	7,43
D	-9,18	-6,15	9,81	-	13,42 (7,611)
E	-7,97	0,92	7,43	13,42 (7,611)	-

BDE	2,68
ADE	-3,13

A - Blende
B - Schlitzanzahl
C – Schlitzbreite
D – Geschwindigkeit
E – Konzentration

Zusammenfassend kann also gesagt werden, dass die untersuchten Parameter folgendermaßen optimiert werden müssen, um ein ideales Ergebnis zu erzielen:

Den größten Einfluss auf das Emulgierergebnis hat die Geschwindigkeit der Fluide. Der Effekt ist zwar kleiner als der Effekt der Schlitzbreite, durch positive Wechselwirkungen mit nahezu allen anderen Parametern (Ausnahme: Blende) wird dieser Effekt jedoch stark verstärkt. Die Geschwindigkeit sollte also möglichst hoch und die Schlitzbreite möglichst klein gewählt werden.

Durch die Verringerung der Konzentration kann ebenfalls eine Optimierung erfolgen. Dies hat jedoch einen geringeren Effekt als zuvor genannte Maßnahmen. Die Untersuchung der Wechselwirkungen ergibt nur bei der Blende einen negativen Wert.

Die Optimierung der Blendenplatte wirkt sich abschwächend auf den Effekt der Geschwindigkeit aus. Dies bedeutet nicht, dass sie sich auch negativ beeinflussen. Die Blendenplatte sollte daher dennoch möglichst groß gewählt werden. Der Optimierungseffekt ist hier jedoch insgesamt sehr gering.

Eine Kombination der Veränderung der Schlitzanzahl und der Geschwindigkeit weisen ebenfalls negative Wechselwirkungen auf. Außerdem haben die Untersuchungen ergeben, dass eine geringere Anzahl an Schlitzen bessere Ergebnisse liefern. Soll also ein Scale-up durch Parallelisierung also durch die Erhöhung der Schlitzanzahl, realisiert werden. Es ist zu berücksichtigen, dass dies in geringem Maße einen negativen Effekt auf den Emulgiereffekt hat.

Bei der Beurteilung der Effekte und Wechselwirkungen ist immer zu berücksichtigen, wie groß die Abstände zwischen den jeweiligen Einstellungen gewählt wurden. Eine quanitative Aussage über den Vergleich der Effekte kann daher nicht gemacht werden. Alle Aussagen beziehen sich auf die Veränderungen in ähnlich großen Schritten, wie sie in den Versuchsreihen durchgeführt wurden.

7 Einfluss von Temperatur und Energieeintrag auf das Emulgierergebnis

Mit den in Kapitel 6 untersuchten Prozessparametern ist es nicht möglich eine monomodale Verteilung zu generieren. Daher soll ein weiterer Parameter untersucht werden. Wie bereits in Kapitel 3.1.1, 3.2.1 und 4.2.1 beschrieben, spielt die Temperatur bei der Herstellung von Emulsionen eine wichtige Rolle. Neben den Einflüssen auf die Emulgatorwirkung verändert die Temperatur auch die Viskosität des Stoffsystems. Durch die herabgesetzte Viskosität nimmt der Druckverlust und damit auch der Energieeintrag ab.

Neben der Temperatur soll auch der Einfluss des Energieeintrages betrachtet werden. Zum einen wird der Gesamtenergieeintrag bei Veränderung der Temperatur betrachtet. Zum anderen werden die Energieeinträge der dispersen und der kontinuierlichen Phase getrennt voneinander betrachtet. Bei der Beurteilung der Experimente ist darauf zu achten, dass eine Veränderung des Energieeintrages auf der einen Seite ohne Anpassung des Energieeintrages auf der anderen Seite eine Veränderung der O/W-Konzentration mit sich bringt.

7.1 Versuchsplan

Die Einflussgrößen Temperatur und Energieeintrag werden getrennt voneinander untersucht. Zunächst wird die Temperatur auf zwei Niveaus bei fünf verschiedenen Druckeinstellungen analysiert. Es werden fünf Einstellungen gewählt, damit eine Voraussage über weitere Einstellungen getroffen werden kann. Außerdem werden relativ hohe Temperaturen gewählt, um eine monomodale Tropfengrößenverteilung zu erhalten.

Der Einfluss des Energieeintrages wird auf drei Niveaus untersucht, wobei entweder der Energieeintrag der dispersen Phase oder der der kontinuierlichen Phase variiert wird. Der andere wird jeweils konstant gehalten. Es erfolgt keine Kombination aller Parameter, da die Veränderung der Energieeinträge immer auch eine Konzentrationsänderung der O/W-Emulsion mit sich bringt. Dies macht die Auswertung der Versuche aufwändiger und soll daher nur in einfacher Form erfolgen. Da zum störungsfreien Ablauf der Versuche die SDS-Konzentration verändert wurde, ist die jeweilige Konzentration in den Versuchsplänen mit aufgeführt.

Es werden folgende Einflussgrößen variiert:

F – Temperatur

G – Energieeintrag gesamt

H – Energieeintrag kontinuierliche Phase

I – Energieeintrag disperse Phase

Zur Untersuchung werden folgende Versuchspläne verwendet:

Tab. 15: Untersuchung des Faktors Temperatur bei unterschiedlichen Energieeinträgen

	F	G
1	N1	N1
2	N2	N1
3	N1	N2
4	N2	N2
5	N1	N3
6	N2	N3
7	N1	N4
8	N2	N4
9	N1	N5
10	N2	N5

Faktor	Einflussgröße	Niveau				
		N1	N2	N3	N4	N5
F	Temperatur (°C)	65	75	-	-	-
G	Energieeintrag gesamt (10^5 J/m^3)	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5

A	Breite der Blende (µm)	konst.	100
B	Anzahl der Schlitze	konst.	20+20
C	Breite der Schlitze (µm)	konst.	25
E	O/W – Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	5
	Emulgator Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	0,5

Tab. 16: Untersuchung der Energieeinträge der kontinuierlichen Phase

	H	I
1	N1	N1
2	N2	N1
3	N3	N1
4	N1	N2
5	N2	N2
6	N3	N2
7	N1	N3
8	N2	N3
9	N3	N3

Faktor	Einflussgröße	Niveau		
		N1	N2	N3
H	Energieeintrag kontinuierliche Phase (10^5 J/m^3)	6,0	6,5	7,0

I	Energieeintrag disperse Phase (10^5 J/m^3)	Konst.	1,5
A	Breite der Blende (µm)	konst.	100
B	Anzahl der Schlitze	konst.	20+20
C	Breite der Schlitze (µm)	konst.	25
E	O/W – Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	3,7 – 4,0
F	Temperatur (°C)	konst.	25
	Emulgator Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	0,05

Tab. 17: Untersuchung der Energieeinträge der dispersen Phase

	H	I
1	N1	N1
2	N2	N1
3	N3	N1
4	N1	N2
5	N2	N2
6	N3	N2
7	N1	N3
8	N2	N3
9	N3	N3

Faktor	Einflussgröße	Niveau		
		N1	N2	N3
I	Energieeintrag disperse Phase (10^5 J/m^3)	1,0	1,5	2,0

H	Energieeintrag kontinuierliche Phase (10^5 J/m^3)	Konst.	6,5
A	Breite der Blende (µm)	konst.	100
B	Anzahl der Schlitze	konst.	20+20
C	Breite der Schlitze (µm)	konst.	25
E	O/W – Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	3,1 – 5,5
F	Temperatur (°C)	konst.	25
	Emulgator Konzentration (*w/w*) (%)	konst.	0,05

7.2 Ergebnisse

Im Folgenden sind die Versuchsergebnisse der Untersuchung des Parameters Temperatur dargestellt. Es konnte mit allen gewählten Einstellungen eine monomodale Verteilung erzeugt werden. Daher ist hier der Span-Wert mit angegeben. Alle Tropfengrößenverteilungen der Versuchsreihe sind in Anhang VI dargestellt.

Die Untersuchung des getrennt voneinander betrachteten Einflusses der Energieeinträge der kontinuierlichen und dispersen Phase zeigen bimodale Verteilungen auf. Dies entspricht nach Untersuchung in Kapitel 6 den Erwartungen. Alle Tropfengrößenverteilungen der Versuchsreihe sind in Anhang VII dargestellt.

7.2.1 Temperatur

In der Abb. 26 ist die Tropfengröße $d_{90,3}$ über dem Energieeintrag dargestellt. Wie erwartet nimmt die Tropfengröße über dem Energieeintrag ab. Die Untersuchung wurde bei zwei Prozesstemperaturen durchgeführt. Dabei wurden bei gleichen Energieeinträgen mit höherer Temperatur kleiner Tropfengrößendurchmesser erreicht. Die Tropfengrößen nähern sich dabei bei höheren Energieeinträgen aneinander an. Der Einfluss der Temperatur auf den Tropfendurchmesser nimmt also bei steigendem Energieeintrag ab. Anhand der Trendlinien ist zu vermuten, dass die Erhöhung der Temperatur von 65 °C auf 75 °C keine positive Auswirkung auf das Emulgierergebnis hat. Insgesamt konnte ein Tropfengrößendurchmesser von $d_{90,3}$= 6,07 µm und $d_{3,2}$= 2,28 µm erreicht werden.

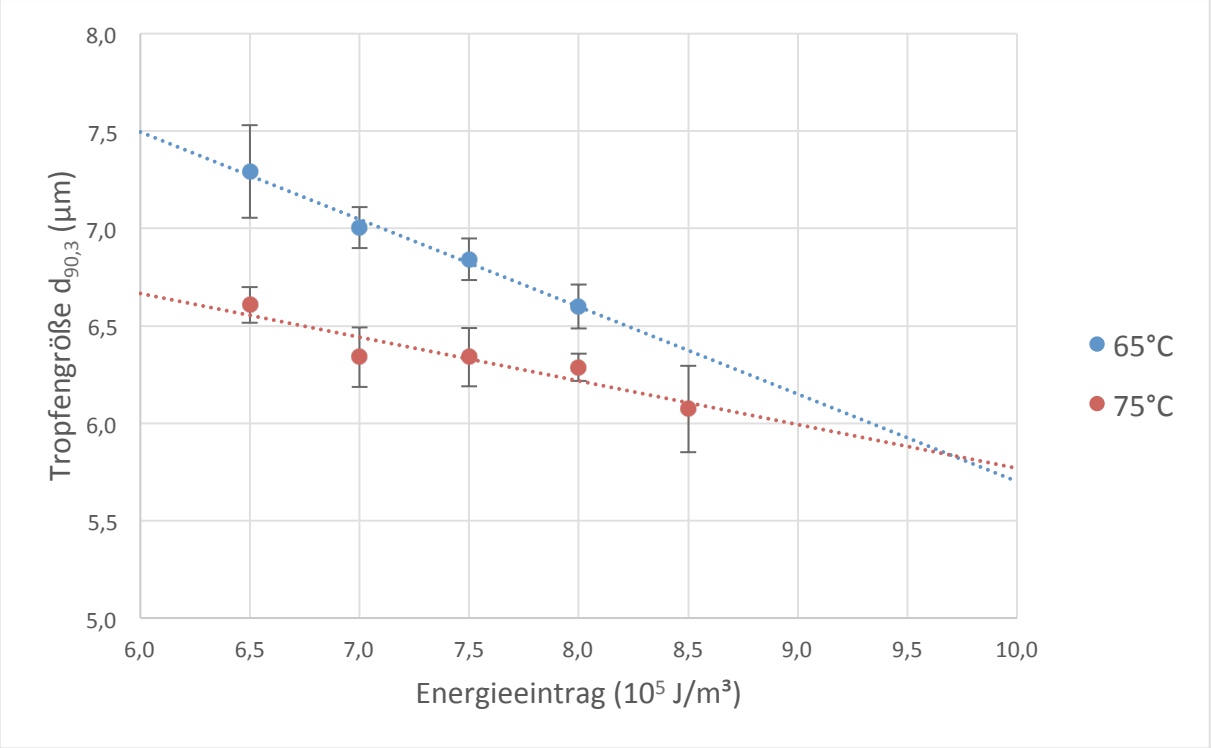


Abb. 26: Einfluss der Temperatur auf den Tropfendurchmesser einer O/W-Emulsion

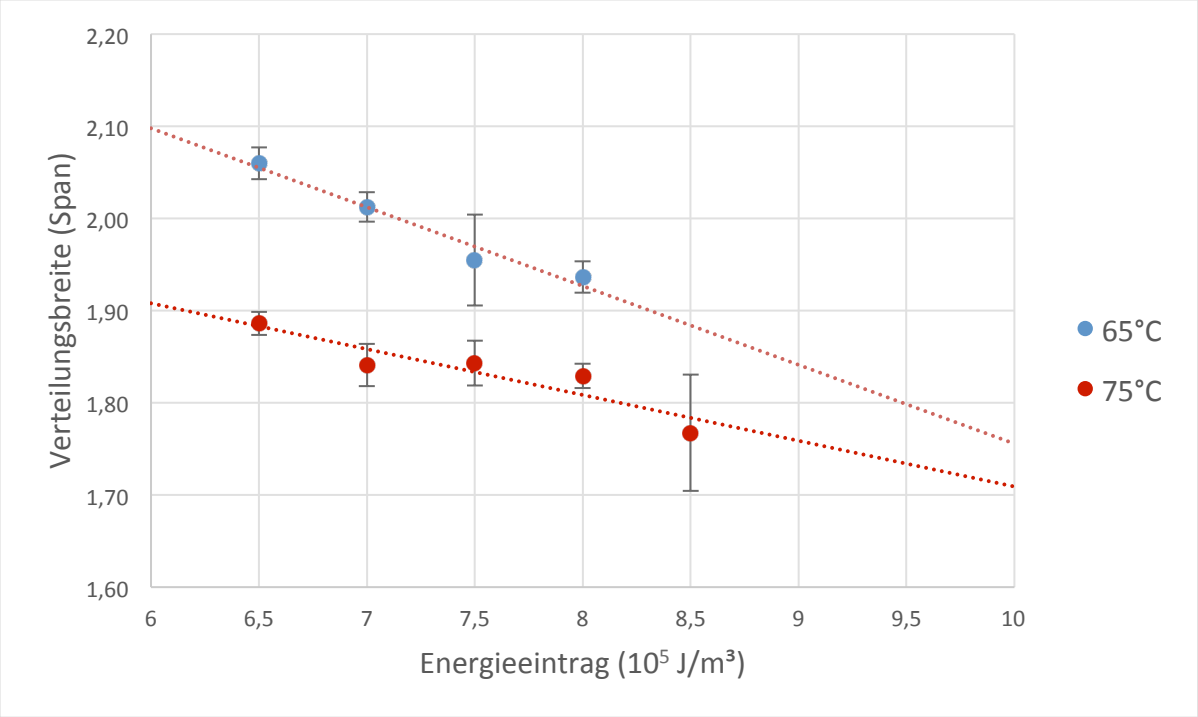


Abb. 27: Einfluss der Temperatur auf die Verteilungsbreite einer O/W-Emulsion

In der Abb. 27 sind die Span-Werte über dem Energieeintrag dargestellt. Die Span-Werte reichen bei den gewählten Einstellungen von 1,77 bis 2,06. Die Verteilungsbreite nimmt genau wie die Tropfengröße mit steigendem Energieeintrag ab. Es zeigt sich die gleiche Abhängigkeit der Verteilungsbreite von der Temperatur, wie die der Tropfengröße. Auch hier nimmt der Einfluss der Temperatur auf die Verteilungsbreite bei steigendem Energieeintrag ab. In Abb. 28 sind die Partikelgrößenverteilungen bei 65 °C und 75°C im Vergleich dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die kleineren Tropfengrößen bei höherer Temperatur zu Lasten der größeren Tropfen entstehen. Die Verteilung wird also schmaler, wobei sich das Gesamtvolumen der kleineren Tropfen nicht verändert. Es werden also bei erhöhter Temperatur keine neuen kleineren Tropfen generiert.

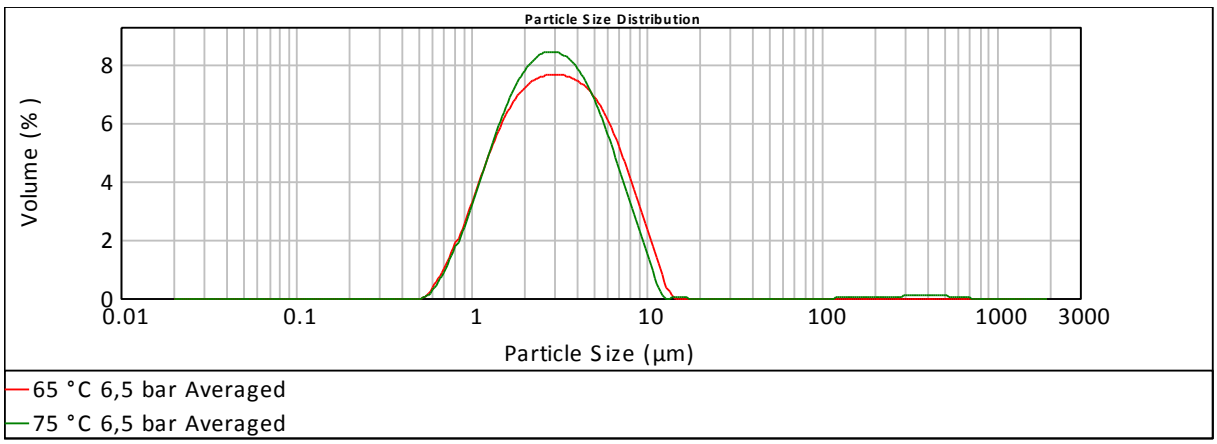


Abb. 28: Graphische Darstellung der Partikelgrößenverteilung bei unterschiedlichen Temperaturen

7.2.2 Energieeintrag

In Abb. 29 ist die Tropfengröße $d_{90,3}$ über dem Energieeintrag dargestellt. Wie erwartet nimmt die Tropfengröße bei steigendem Energieeintrag ab. Bei Erhöhung des Energieeintrages um 1 bar nimmt die Tropfengröße von 22,5 µm auf 19,2 µm ab. Eine Aussage über einen linearen Zusammenhang kann nicht gemacht werden. Die Trendlinie liegt nicht innerhalb der Standardabweichung der einzelnen Messpunkte.

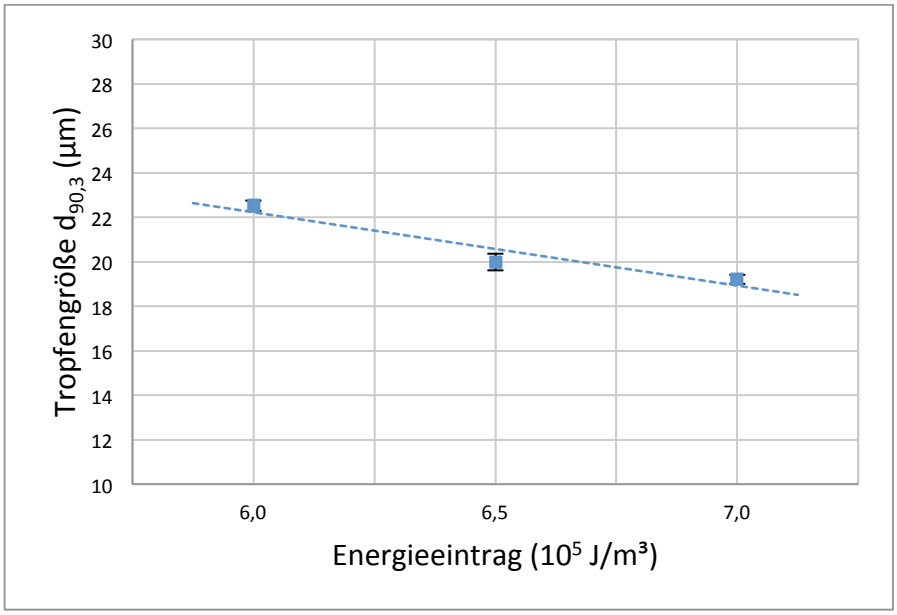


Abb. 29: Einfluss des Energieeintrages der kontinuierlichen Phase auf den Tropfendurchmesser

Bei Veränderung des Energieeintrages der dispersen Phase kommt es zu einer Entgegengesetzten Entwicklung. Die Tropfengröße $d_{90,3}$ nimmt bei steigendem Energieeintrag zu. Dabei steigt die Tropfengröße bei einer Erhöhung des Energieeintrages um 1 bar von 17,0 µm auf 23,7 µm. Anhand der Trendlinie ist ein linearer Zusammenhang zu vermuten.

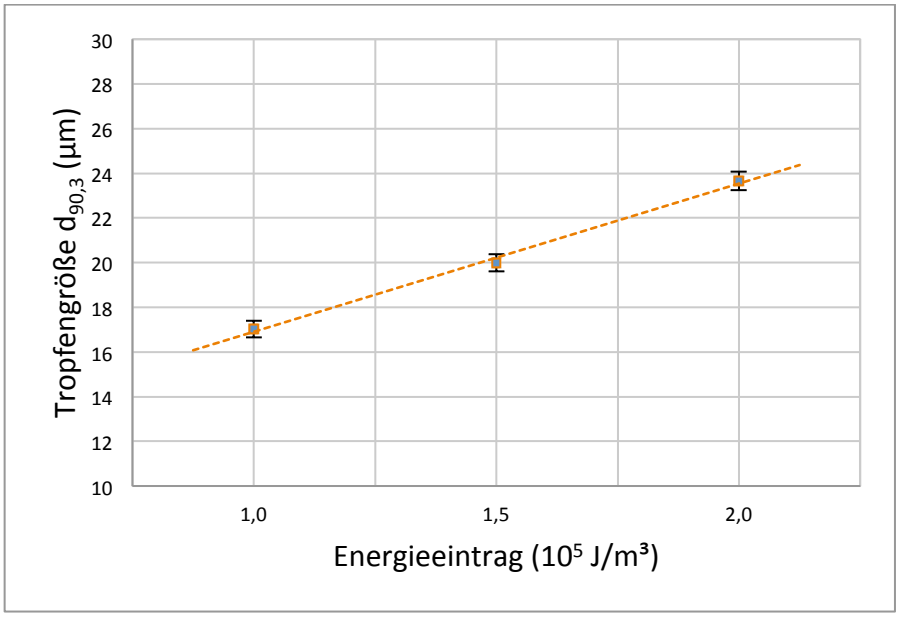


Abb. 30: Einfluss des Energieeintrages der dispersen Phase auf den Tropfendurchmesser

Die Angabe des vorherrschenden Effektes ist im Falle der Untersuchung nur eines Prozessparameters dabei gleich der Differenz der Tropfengrößen der niedrigsten und der höchsten Einstellung. Der Effekt des Energieeintrages der kontinuierlichen Phase beträgt 3,3 und der des Energieeintrages der dispersen Phase 6,7. Der Einfluss des Energieeintrages der dispersen Phase ist also nahezu doppelt so groß wie die des Energieeintrages der kontinuierlichen Phase.

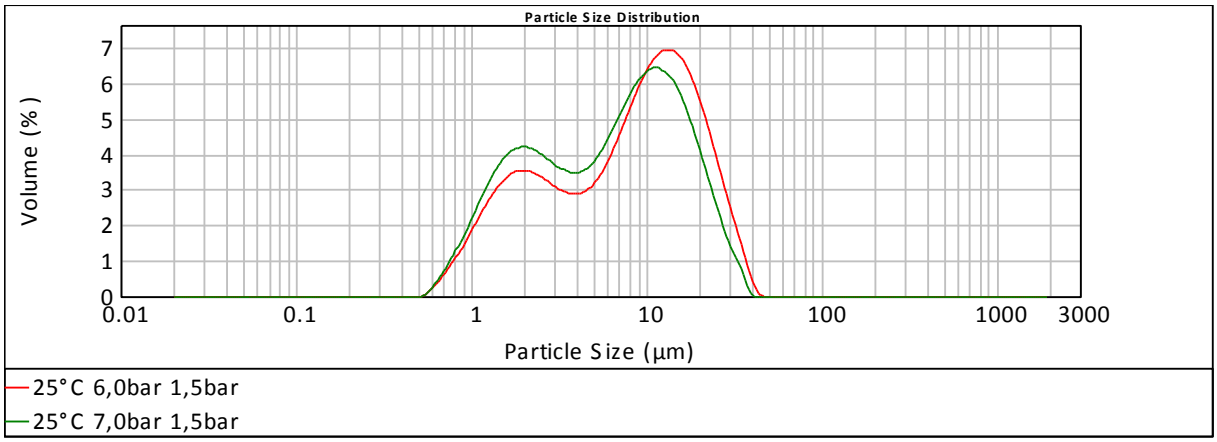


Abb. 31: Graphische Darstellung der Partikelgrößenverteilung bei Veränderung des Energieeintrages der dispersen Phase.

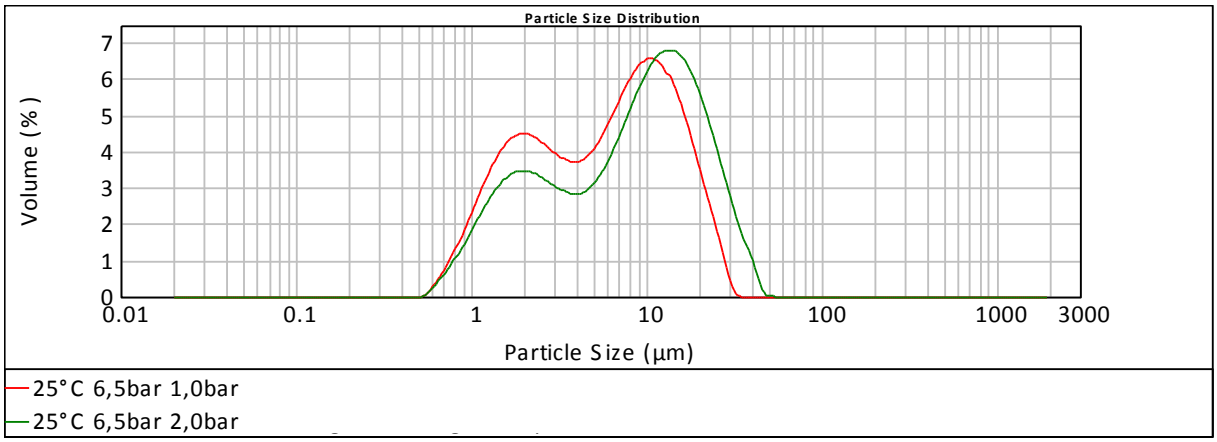


Abb. 32: Graphische Darstellung der Partikelgrößenverteilung bei Veränderung des Energieeintrages der dispersen Phase.

In Abb. 31 und Abb. 32 sind die Tropfengrößenverteilungen der untersuchten Emulsionen dargestellt. Dabei konnte die kleinste Tropfengröße bei einer Einstellung von E_k = 6,5 J/m³ und E_d = 1,0 J/m³ erreicht werden. Der Sauterdurchmesser $d_{3,2}$ beträgt 3,34 µm. Insgesamt weisen die Verteilungen einen ähnlichen bimodalen Charakter auf. Die Verringerung des Energieeintrages der dispersen Phasen hat einen höheren maximalen Tropfendurchmesser zur Folge (siehe Abb. 32). Die Veränderung des Energieeintrages der kontinuierlichen Phase hat jedoch keine Auswirkung auf den maximalen Tropfendurchmesser (siehe Abb. 31). Es sind hier bei höherem Energieeintrag lediglich mehr große Tropfen zu Lasten der kleineren vorhanden. Die Verteilungen in Abb. 32 zeigen hingegen größere Tropfen zu Lasten der kleineren.

8 Evaluation verschiedener Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie mittels Schlitzplatten-Mikromischer

Emulgatoren haben unterschiedliche Wirkungsweisen. Daher soll im folgenden Schritt die Anwendung unterschiedlicher Emulgatoren mittels Schlitzplatten-Mikromischer untersucht werden. Es werden drei verschiedene Emulgatoren untersucht, die in der Lebensmittelindustrie eingesetzt werden. Zum Vergleich wird außerdem der bisher verwendete, nicht Lebensmittel geeignete Emulgator SDS verwendet. Die Auswahl der Emulgatoren ist in Kapitel 4.1.1 beschrieben.

8.1 Versuchsplan

Die Emulgatoren werden mit konstanter Konzentration auf jeweils drei Temperaturniveaus untersucht. Zur Evaluation der Emulgatoren werden also folgende Einflussgrößen variiert:

F – Temperatur
J – Emulgator

Es ergibt sich folgender Versuchsplan:

Tab. 18: Untersuchung verschiedener Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie

	A	B
1	N1	N1
2	N2	N1
3	N3	N1
4	N1	N2
5	N2	N2
6	N3	N2
7	N1	N3
8	N2	N3
9	N3	N3
10	N1	N4
11	N2	N4
12	N3	N4

Faktor	Einflussgröße	Niveau			
		N1	N2	N3	N4
A	Temperatur (°C)	25	45	65	-
B	Emulgator	M 20	F 580	Tween	SDS

	Breite der Blende (µm)	konst. 100
	Anzahl der Schlitze	konst. 20+20
	Breite der Schlitze (µm)	konst. 25
	O/W – Konzentration (*w/w*) (%)	konst. 5,0
	Energieeintrag konst. Phase (10^5 J/m^3)	konst. 6,5
	Energieeintrag disp. Phase (10^5 J/m^3)	konst. 0,5 – 3,0

8.2 Ergebnisse

Bei der Evaluation unterschiedlicher Emulgatoren ergaben sich unterschiedlichste Ergebnisse. Die Untersuchung der Tropfengrößen ergaben bimodale Verteilungen. Lediglich die Emulsion mit dem Emulgator SDS weist bei einer Prozesstemperatur von 65°C eine monomodale Verteilung auf. Alle Tropfengrößenverteilungen der Versuchsreihe sind in Anhang VIII dargestellt. In der Abb. 33 sind die Partikelgrößenverteilungen unter Einsatz unterschied-

licher Emulgatoren bei einer Prozesstemperatur von 45 °C dargestellt. Weitere Verteilungen sind im Anhang zu finden. Es ist zu erkennen, dass die Tropfengrößenverteilung bei einem Einsatz von SDS am weitesten von denen der anderen untersuchten Emulgatoren abweicht. Die Verteilungen der Emulgatoren M 20 und Tween 80 weisen die größte Ähnlichkeit auf. Diese Aussage ist jedoch nur über den Verlauf der Tropfengrößenverteilungen zutreffend. Die Tropfengröße $d_{90,3}$ weist andere Ergebnisse auf. Bei 45 °C liegen diese bei den Emulgatoren M 20 und F 580 dichter beieinander. Im Vergleich zu M 20 weist die Verteilung von F 580 ein größeres Volumen an kleineren Tropfen auf. Die Maximale Tropfengröße ist jedoch größer als die der Emulsion mit M 20.

In Abb. 34 sind die Tropfengrößen aller Emulgatoren über den Energieeintrag dargestellt. Anhand der Abbildung ist zu erkennen, dass die Emulgatorwirkung der einzelnen Emulgatoren unterschiedliche Abhängigkeiten von der Temperatur aufweisen. Dabei ist bei der Funktion des Emulgators Tween 80 die stärkste Abhängigkeit zu erkennen. Es ergeben sich bei Temperaturen ab 45°C bessere Ergebnisse, als bei den anderen lebensmitteltauglichen Emulgatoren. Der nicht lebensmitteltaugliche Emulgator SDS weist bei allen Temperaturen die besten Emulgierergebnisse auf. Die Milchphospholipide schneiden im Vergleich zu F 580 bei 65 °C besser ab. Der Unterschied liegt bei einer Differenz des Tropfendurchmessers von 4,6 µm. Bei 25°C und 45°C schneidet jedoch F 580 geringfügig besser ab als M 20. Alle Emulgatoren weisen bei höheren Temperaturen ein besseres Emulgierergebnis auf.

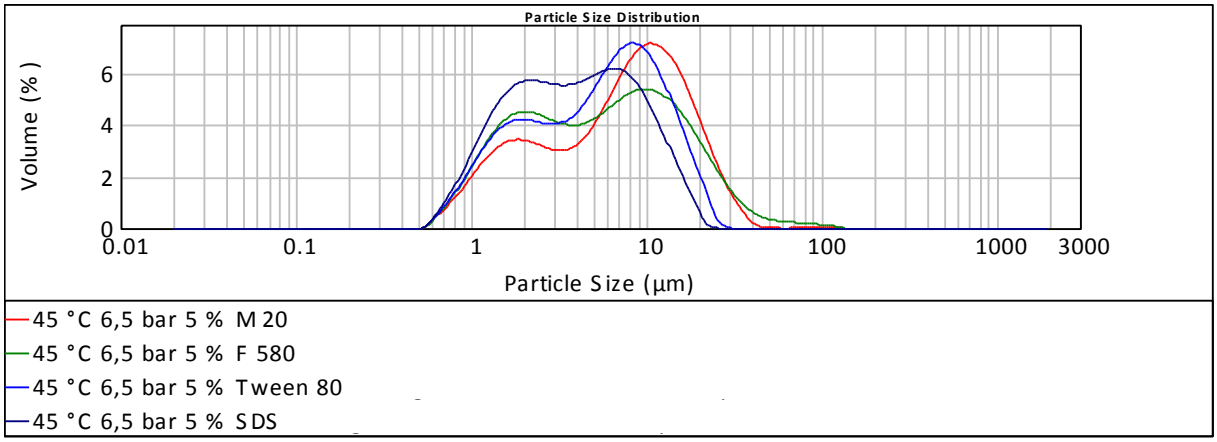


Abb. 33: Graphische Darstellung der Partikelgrößenverteilungen unter Verwendung von unterschiedlichen Emulgatoren bei einer Prozesstemperatur von 45 °C.

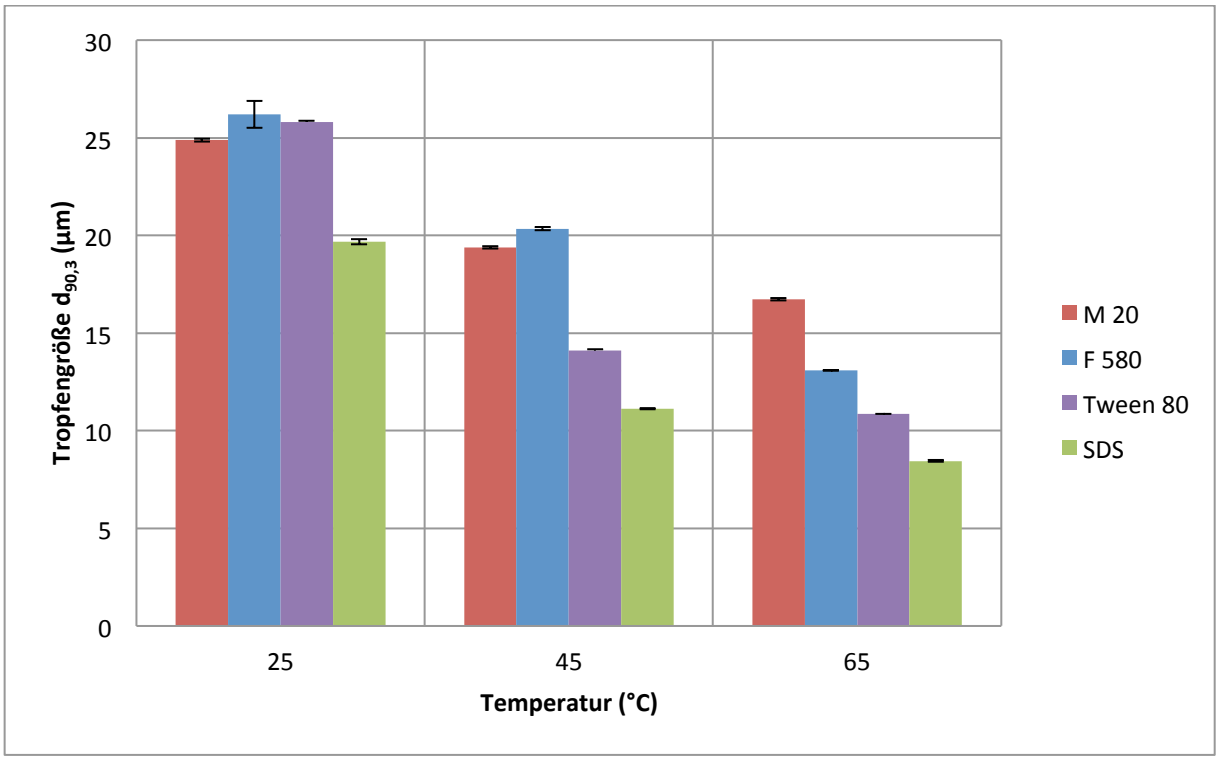


Abb. 34: Evaluation verschiedener Emulgatoren in einer O/W-Emulsion; Lipamin 20 (M 20), enzymatisch modifiziertes Sojalecithin (F 580), Polysorbat 80 (Tween 80), Natriumdodecylsulfat (SDS)

9 Diskussion

In diesem Teil der Arbeit werden die in den vorherigen Kapiteln erlangten Informationen diskutiert. Jede einzelne Untersuchung wird einer Prüfung der Interpretierbarkeit unterzogen, um falschen Aussage über nicht vorhandene Effekte zu vermeiden. Zunächst wird auf die untersuchten Prozessparameter und deren Effekte eingegangen. Auch die Untersuchung des Einflusses der Temperatur und des Energieeintrages werden hier behandelt. Im Anschluss daran erfolgt eine Diskussion über die Evaluierung unterschiedlicher Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie. Um den Schlitzplatten-Mikromischer in die Vielzahl an Emulgierverfahren einordnen zu können, erfolgt ein Vergleich mit der vorliegenden Literatur.

Bei der Evaluation des Schlitzplatten-Mikromischers wurde kein geeignetes Prozessfenster gewählt, um eine monomodale Tropfengrößenverteilung zu erreichen (siehe 6.2). Durch eine Aufteilung der Versuchspläne konnte das Prozessfenster nicht ausreichend maximiert werden. Dennoch konnten die Effekte der Prozessparameter ausreichend herausgearbeitet werden, um eine Beurteilung der Einflüsse auf das Emulgierergebnis vornehmen zu können. Es können nicht nur Aussagen zum Richtungsverlauf der Effekte, sondern auch zur Stärke und zu den zu erwarteten Wechselwirkungen der Effekte untereinander gemacht werden. Der Grundbaustein für die Optimierung des Prozessfensters ist hiermit gelegt.

Bei der Beurteilung der Ergebnisse ist zu berücksichtigen, dass die ermittelten Effekte von der Differenz der jeweiligen gewählten Einstellungsbereiche abhängig sind. Ist eine größere Einstellungsbreite möglich, können auch stärkere Effekte ermittelt werden. Da die Durchführung der Versuche zur Evaluierung des Schlitzplatten-Mikromischers nur in einfacher Ausführung vorgenommen wurde, sind die Ergebnisse unter quantitativen Aspekten als Vermutungen zu betrachten. Es können jedoch qualitativ richtige Aussagen getroffen werden. Eine weitere Evaluierung des Systems auf Basis der hier gewonnenen Kenntnisse muss als sinnvoll erachtet werden.

Um eine monomodale Verteilung zu erreichen, könnten die in Kapitel 6.3 herausgearbeiteten Effekte auf den Prozess angewendet werden. Anhand der dargestellten Wechselwirkungen wird jedoch deutlich, dass eine Veränderung eines Parameters Auswirkungen auf andere hat. Die Parameter sollten daher nicht alle in Richtung eines positiven Effektes maximiert werden. Um eine sinnvolle Optimierung zu ermöglichen müssen die Parameter einzeln diskutiert werden.

Die Mischgeometrie des verwendeten Schlitzplatten-Mikromischers weist mit Schlitzbreiten von 25 µm bereits ein Minimum auf. Kleinere Schlitzbreiten zu verwenden führt zu häufiger auftretenden Störungen. Bereits bei der Versuchsdurchführung führt die Mischplatte mit diesen Schlitzbreiten zu Störungen des Betriebsablaufes durch Blockierungen im System. Eine industrielle Anwendung in der Lebensmittelindustrie ist so nicht möglich, da hier nicht, wie in der chemischen Industrie, reine Rohstoffe verwendet werden. Es handelt sich eher um ein sehr komplexes Stoffgemisch. Um dies zu berücksichtigen, wurde in den Versuchen Leitungswasser anstelle von destilliertem Wasser verwendet. Die Mischplatten mit einer Schlitzbreite von 50 µm ergaben einen wesentlich störungsfreieren Betriebsablauf. Die Richtung des Effektes der Blendenplatte kommt dem zugute. Die Blendenplatte kann so weit wie nötig maximiert werden. Die Anzahl der Schlitze ist bei der industriellen Anwendung entgegen des festgestellten Effektes zu verändern. Um einen große Durchflussmenge zu erzielen, muss eine große Anzahl an Schlitzen eingesetzt werden.

Die Konzentration der dispersen Phase ist mit 5 - 10 % (*w/w*) relativ gering gewählt. Die verwendeten Konzentrationen in der Lebensmittelindustrie sind in der Regel höher und liegen oft bei 30 % (*v/v*). Die Produktion einer 30 % (*v/v*) O/W-Emulsion ist mit dem System nur unter Verwendung einer stärkeren Pumpe für die Förderung der dispersen Phase möglich. Durch die starke Ausprägung des Effektes (6,0 – 15,8) kann jedoch eine klare Aussage über den Einfluss auf das Emulgierergebnis gemacht werden. Die Konzentration ist in der Regel jedoch durch das herzustellende Produkt vorbestimmt. Mithilfe des Effektes ist es möglich, eine Vorhersage über die Veränderung des Tropfendurchmessers bei unterschiedlichen Konzentrationen zu machen. Eine Optimierung des Systems durch diesen Parameter ist jedoch nicht möglich.

Der Parameter Geschwindigkeit weist den größten Effekt auf. Hier liegt auch das größte Optimierungspotential. Eine Vergrößerung des Prozessfensters mithilfe der Geschwindigkeit, ist durch die Verwendung leistungsstärkerer Pumpen besonders auf der Seite der dispersen Phase, möglich. Es ist zu berücksichtigen, dass die Förderleistung der Pumpen mit zunehmendem Gegendruck abnimmt. Wie man an dem Energiedichtekonzept (siehe 3.3.2) erkennen kann, ist jedoch genau dieser Druck für den Emulgiereffekt verantwortlich. Bei weiteren Untersuchungen muss daher auf jeden Fall der Druck am Mischerzulauf mit erfasst werden. Bei der Pumpenauswahl ist der Förderstrom über den Gegendruck zu berücksichtigen. Dieser sollte idealer Weise zwischen 10 bar und 50 bar liegen. Eine Reduzierung der Rohrleitungslänge kann den Druckverlust des Gesamtsystems minimal beeinflussen.

Es kann folglich geschlossen werden, dass eine Optimierung des Systems durch eine höhere Geschwindigkeit (einen höheren Energieeintrag) möglich ist. Um eine höhere Konzentration bei gleichem Energieeintrag zu ermöglichen, wäre es denkbar, die Schlitzbreiten der dispersen Phase größer zu wählen als die der kontinuierlichen Phase. Eine Regulierung der Durchflussmenge über die Mischplattengeometrie wäre also denkbar.

Um jedoch eine sinnvolle Optimierung durchführen, müssen zunächst Kenntnisse über den Einfluss des Energieeintrages der dispersen und kontinuierlichen Phase getrennt voneinander gewonnen werden. In Kapitel 7 sind die Ergebnisse dieser Untersuchung dargestellt. Es hat sich gezeigt, dass die Energieeinträge einen gegenläufigen Einfluss auf das Emulgierergebnis haben. Gleiche Ergebnisse ergaben sich aus den Untersuchungen des EDGE-Systems (Maan et al. 2011). Aufgrund der nicht zu verhindernden Änderung der Konzentration sind die Ergebnisse jedoch mit gewisser Vorsicht zu betrachten. In Zusammenhang mit dem in Kapitel 6 ermittelten Effekt der Konzentration können die Ergebnisse besser beurteilt werden. Der Effekt einer Konzentrationsänderung um 5 % liegt bei maximal 13. Die Konzentrationsänderung beträgt im Falle der Untersuchung der kontinuierlichen Phase 0,3 % und im Falle der Untersuchung der dispersen Phase 2,3 %. Wird die Annahme getroffen, dass der in Kapitel 6.3 herausgearbeitet Effekt der Konzentrationsänderung linear verläuft, muss der Effekt der Kontinuierlichen Phase > 1 und die der dispersen Phase größer > 6 sein. Dies ist bei der kontinuierlichen Phase mit 3,3 der Fall. Bei der dispersen Phase beträgt der Effekt lediglich 6,6. Hier kann also keine sichere Aussage getroffen werden. Der gewählte Abstand der Einstellungen ist zu gering, um die Aussage von Maan et al. (2011) zu bestätigen.

In der bisherigen Arbeit wurde das Stoffsystem lediglich in der Untersuchung der O/W-Konzentration berücksichtigt. Es ist anzunehmen, dass die Temperatur einen starken Einfluss auf das Emulgierergebnis hat. Dieser Parameter sollte also ebenfalls herangezogen werden, um eine monomodale Tropfengrößenverteilung zu erreichen. Die Untersuchung der Temperatur bei einer unveränderten Stoffzusammensetzung zeigt einen klaren Einfluss auf das Emulgierergebnis. Durch einen Temperatureinfluss von 65 °C konnte eine monomodale Tropfengrößenverteilung generiert werden. Das beste Emulgierergebnis konnte wie erwartet bei 75 °C und einem Energieeintrag von $8{,}5*10^5$ J/m³ erreicht werden. Da sich die Fehlerbereiche der untersuchten Emulsionen jedoch überschneiden kann ein lineares Verhalten der Temperatur über den Energieeintrag nicht sicher belegt werden. Dies gilt sowohl für die Tropfengröße als auch für dessen Verteilungsbreite. Es kann also keine zutreffende Vorhersage über einen Schnittpunkt der Kurven bei 65 °C und 75 °C gemacht werden. Für eine gesicherte Aussage über den Kurvenverlauf wäre eine Untersuchung bei höheren Energieeinträgen notwendig. Dennoch ist es zutreffend, dass der Einfluss der Temperatur bei steigendem Energieeintrag abnimmt.

Die Untersuchungen der Parameter Mischgeometrie, Konzentration, Energieeintrag und Temperatur beziehen sich auf ein einheitliches Stoffsystem bestehend aus drei Komponenten: Öl, Wasser und einem Emulgator. Um auch andere Stoffsysteme zu berücksichtigen, wurde der Einsatz unterschiedlicher Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie untersucht. Die Emulgatoren wurden bei konstanten Prozessparametern unter Veränderung des Temperatureinflusses untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass die Veränderung der Temperatur nicht den gleichen Einfluss auf die unterschiedlichen Stoffsysteme hat. Die Untersuchung der Temperatur in vorangegangen Versuchen ist demzufolge nicht auf jedes Stoffsystem übertragbar. Die Untersuchung hat gezeigt, dass der Schlitzplatten-Mikromischer eine gute Möglichkeit bietet, Emulgatoren unter Einsatz von geringen Mengen an Probenmaterial zu untersuchen. Durch eine Verringerung der Länge des Rohrleitungssytems und dem Einsatz weiterer Module des MMRS, wie z.B. der Einsatz von Wärmetauschern, kann eine weitere Reduzierung der notwendigen Probenmenge erreicht werden. Dies zeigt Potential für die Untersuchung kostenintensiver „high quality“ Produkte auf. Als Beispiel sind hier die Milchphospholipide zu nennen, die als Emulgator in dieser Arbeit untersucht wurden. Die Reinigbarkeit des gesamten Systems muss noch anhand mikrobiologischer Tests untersucht werden.

Die Untersuchung der Effekte kann nicht nur zur Evaluierung des Systems dienen. Eine verbesserte Prozessführung durch die Kenntnis der Effekte aller Prozessparameter ermöglicht darüber hinaus eine optimale Prozessführung. Soll beispielweise die O/W-Konzentration im Produktionsprozess verändert werden, kann durch die Effekte die optimale Einstellung des Energieeintrages errechnet werden. Dies minimiert aufwändige Vorversuche und macht den Prozess besonders flexibel. Wie die Evaluierung der Emulgatoren gezeigt hat, ist das verwendete Stoffsystem immer mit zu berücksichtigen. Dies könnte jedoch im Vergleich mit einem MMRS im Labormaßstab untersucht werden. Ein Transfer zu dem Produktionsprozess ist mithilfe der Ähnlichkeitstheorie unter Berücksichtigung der in dieser Arbeit herausgearbeiteten Einflussgrößen und dessen Abhängigkeiten leicht zu ermitteln.

Um den Schlitzplatten-Mikromischer in die Vielzahl von Mikrosystemen zur Herstellung von Emulsionen einordnen zu können, kann der Vergleich mikrostrukturierter Emulgierverfahren nach Maan et al. (2011) herangezogen werden. Unter der Annahme, dass die Tropfengrößen auf einer Herstellung bei 25 °C beruhen, können nur diejenigen Versuchsergebnisse, die eine bimodale Verteilung aufweisen, herangezogen werden. Der Vergleich kann also nur einer groben Richtungsweisung dienen. Mit einem Gesamtenergieeintrag von $7{,}5*10^5$ J/m³ konnte ein Tropfengrößendurchmesser von $d_{3,2}$= 3,34 µm erreicht werden. Nach Maan et al. (2011) ist der Schlitzplatten-Mikromischer daher im oberen Tropfengrößenbereich des Membranemulgierens einzuordnen. Im Vergleich mit anderen mechanischen Emulgierverfahren nach Schuchmann (2012) ist eine andere Einordnung vorzunehmen (siehe Abb. 6). Hier

befindet sich das MMRS zwar ebenfalls im Bereich des Membranemulgierens, jedoch im Vergleich zur Herstellung einer Emulsion mit 50% Ölanteil. Mittels MMRS System können ähnliche Tropfengrößen im Vergleich zu anderen mechanischen Emulgierverfahren unter wesentlich geringerem Energieeintrag erreicht werden. Diese Ergebnisse lassen ein großes Potential bei der Herstellung von O/W-Emulsionen unter Verwendung des MMRS in der Lebensmittelindustrie vermuten.

10 Fazit

Es wurde eine erfolgreiche Evaluation des Schlitzplatten-Mikromischers durchgeführt. Es können klare Aussagen über die Effekte und Wechselwirkungen der Parameter Mischgeometrie, Geschwindigkeit und Konzentration gemacht werden. Die Aussagen beruhen auf der Herstellung von Emulsionen mit einer bimodalen Tropfengrößenverteilung.

Der Einfluss der Temperatur auf das Emulgierergebnis konnte herausgearbeitet werden. Dabei nimmt der Einfluss der Temperatur bei Anstieg des Energieeintrages ab. Um eine Aussage über den Verlauf des Graphen bei der Untersuchung der Temperatur über den Energieeintrag treffen zu können, müssen weitere Untersuchungen folgen.

Mit den bisherigen Untersuchungen kann keine Aussage über den Einfluss des Energieeintrages der dispersen Phase gemacht werden. Der Einfluss des Energieeintrages der kontinuierlichen Phase ist in dem gewählten Prozessfenster nur gering.

Die Untersuchung der Tropfengrößenverteilungen von Emulsionen, hergestellt mit unterschiedlichen Emulgatoren, haben unterschiedliche Abhängigkeiten der Emulgatorwirkung von der Temperatur ergeben. Alle untersuchten lebensmitteltauglichen Emulgatoren habe im untersuchten Prozessfenster eine bimodale Tropfengrößenverteilung ergeben.

Im Vergleich mit der Literatur ist der Schlitzplatten-Mikromischer im oberen Tropfengrößenbereich des Membranemulgierverfahrens einzuordnen. Der Vergleich mit herkömmlichen mechanischen Emulgierverfahren ergibt im untersuchten Prozessfenster eine geringe Energieeinsparung durch die Verwendung eines Schlitzplatten-Mikromischers. Diese Aussage bezieht sich allein auf die Energie, die zum Tropfenaufbruch aufgewendet wird.

11 Ausblick

Die vorliegende Arbeit hat die Sinnhaftigkeit der Verwendung eines Schlitzplatten-Mikromischers in der Lebensmittelindustrie dargestellt. Der Grundstein für eine Weiterentwicklung des Systems ist damit gegeben.

Für den optimalen Einsatz eines Schlitzplatten-Mikromischers sind folgende weiterführende Untersuchungen denkbar:

- Eine erneute Evaluation des Schlitzplatten-Mikromischers mit einer Mischplatte mit einer Schlitzbreite von 50 µm wäre denkbar. Die Untersuchung sollte eine Maximierung der Blendenplatte und eine Variation der Schlitzanzahl beinhalten.
- Die Verwendung von Mischplatten mit unterschiedlichen Schlitzanzahlen für die kontinuierliche und die disperse Phase kann zur Problemlösung führen. Die Problematik der direkten Abhängigkeit des Massenstroms zum Energieeintrag kann dadurch positiv genutzt werden.
- Eine anschließende Überprüfung des Energieeintrages beider Phasen getrennt voneinander bei höheren Energieeinträgen wäre sinnvoll.
- Um eine Implementierung des Systems in der Lebensmittelindustrie zu ermöglichen, ist die Prüfung der Reinigbarkeit zwingend notwendig.

Für alle Untersuchungen sollten Pumpen eingesetzt werden, die einem Gegendruck von bis zu 50 bar standhalten. Es sollte bei den Untersuchungen in jedem Fall auf die zur Verfügung stehenden Sensormodule und den Einsatz von Wärmetauschern zurückgegriffen werden. Dies kann die Untersuchungen wesentlich vereinfachen und stellt einen realistischen Prozessaufbau für die Industrieanwendung dar.

12 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird die Anwendung eines Schlitzplatten-Mikromischers zur Produktion von O/W-Emulsionen in der Lebensmittelindustrie untersucht. Das verwendete System besteht aus dem Modularen MikroReaktions System (MMRS) der Firma Ehrfeld BTS, einer Mahr Mikrozahnradpumpe, einer HNPM Mikrozahnringpumpe, einer Temperiervorrichtung und Kapillaren zur Verbindung der einzelnen Komponenten. Zur Beurteilung des Emulgierergebnisses wird die Tropfengröße der Öltröpfchen mithilfe eines Malvern Mastersizers 2000 bestimmt.

Hierzu erfolgt zunächst eine Identifikation der relevanten Prozessparameter. Mithilfe einer ausführlichen Evaluation der Mischgeometrie, der Geschwindigkeit der Fluide und der Ölkonzentration können die Effekte und Wechselwirkungen herausgearbeitet werden. Alle hergestellten Emulsionen weisen eine bimodale Tropfengrößenverteilung auf. Dennoch kann festgestellt werden, dass die Geschwindigkeit, dicht gefolgt von der Konzentration, den größten Einfluss auf das Emulgierergebnis hat. Hierbei kann die Geschwindigkeit analog zum Energieeintrag betrachtet werden.

Eine weiterführende Untersuchung der Parameter Temperatur und Energieeintrag zeigt, dass die Temperatur einen starken Einfluss auf das Emulgierergebnis hat. Die Versuchsergebnisse zeigen bei einer Prozesstemperatur von 75 °C eine monomodale Tropfengrößenverteilung mit einem Tropfendurchmesser von $d_{90,3}$= 6,07 µm und $d_{3,2}$= 2,28 µm. Die Untersuchung der Energieeinträge erfolgt in beiden Phasen getrennt voneinander. Es ist nicht möglich, eine klare Aussage über diese Einflüsse zu machen.

Als Anwendungsbeispiel für die Lebensmittelindustrie wird die Evaluation unterschiedlicher lebensmitteltauglicher Emulgatoren gewählt. Als Emulgatoren dienen enzymatisch modifiziertes Sojalecithin, Milchphospholipide auf einem Träger, Polysorbat 80 und SDS. Die Untersuchung erfolgt bei drei unterschiedlichen Temperaturen und einem konstanten Energieeintrag. Es ergibt sich eine klare Abhängigkeit der Emulgatorwirkung von der Temperatur. Alle lebensmitteltauglichen Emulgatoren weisen im Temperaturbereich von 25 °C bis 65 °C eine bimodale Tropfengrößenverteilung auf.

Der Vergleich der Versuchsergebnisse mit herkömmlichen Emulgierverfahren macht deutlich, dass ein großes Potential in der Anwendung eines Schlitzplatten-Mikromischers in der Lebensmittelindustrie liegt. Im Vergleich zur Literatur ergeben sich bei der Anwendung des MMRS bei gleichen Energieeinträgen ähnlich Tropfengrößen wie bei Membranemulgierverfahren.

Abstract

The present study deals with the application of a slit plate micromixer for the production of O/W emulsions in food industry. The investigation was conducted with a Modular MicroReaction System (MMRS), a Mahr micro gear pump, an HNPM micro annular gear pump, a temperature control system and connecting capillaries. The emulsifying quality is determined by droplet size distribution with the use of a Malvern Mastersizer 2000.

First of all, relevant process parameters are identified. A detailed evaluation of the micromixer is done to specify the effects of the mixing geometry, the flow velocity and the oil concentration on the quality of the emulsion. All prepared emulsions exhibit bimodal droplet size distribution. However, the biggest impact on the emulsifying effect is given by the flow velocity, closely followed by the concentration, whereas flow velocity corresponds to energy input.

The investigation of the temperature and the energy input shows a strong influence of the temperature on the emulsification effect. With an operation temperature of 75 °C, a monomodal droplet distribution is successfully prepared. The droplet size is $d_{90,3}$= 6,07 µm und $d_{3,2}$= 2,28 µm. Investigation of the energy input is done in the disperse and the continuous phase, respectively. The results don't imply specific influences on the emulsification effect.

The application example for food industry is provided by an evaluation of different food emulsifiers. Applicated emulsifiers are enzymatically modified soy lecithin, concentrated milk phospholipids, polysorbate 80 and sodium dodecyl sulphate (SDS). Investigation is done with three temperatures between 25°C and 65 °C and a constant energy input. It is found out that the effect of the emulsifiers is dependent on the operation temperature. Any prepared food emulsions show bimodal droplet size distributions.

According to the literature, the results show the same droplet sizes as emulsions produced by membrane emulsifying techniques. This suggests a remarkable potential for the preparation of food emulsions by using an MMRS.

Literaturverzeichnis

BALTES, W. UND MATISSEK, R. (2011): Lebensmittelchemie. Springer-Lehrbuch Springer-Verlag: Berlin Heidelberg.

BELITZ, H.-D., GROSCH, W. UND SCHIEBERLE, P. (2008). Lehrbuch der Lebensmittelchemie. Mit 634 Tabellen. Springer-Verlag: Berlin (u.a.).

EBERMANN, R. UND ELMADFA, I. (2011). Lehrbuch Lebensmittelchemie und Ernährung. Springer-Verlag: Vienna.

FIGURA, L.O. (2004). Lebensmittelphysik. Physikalische Kenngrößen, Messung und Anwendung ; mit 195 Tabellen. Springer-Verlag: Berlin (u.a.).

FREUDIG, B., BEHREND, O. UND SCHUCHMANN, H.P. (2012). Emulgieren mit Ultraschall. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, XII, 527 S.

GAUKEL, V. UND BERNEWITZ, R. (2012). Tropfengrößenmessmethoden in der Emulgiertechnik. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 55-87.

GESTERMANN, S., BIERINGER, T., BUCHHOLZ, S. UND HECK, J. (2012). Efficient and modular solutions from the Flonamic flow chemistry platforms towards modular production units: Bayer Technology Services complements its technology platform by flow chemistry. In: Green Processing and Synthesis, 535.

HESSEL, V. UND LÖWE, H. (2002). Mikroverfahrenstechnik: Komponenten – Anlagenkonzeption – Anwenderakzeptanz – Teil 1. Chemie Ingenieur Technik 74, 17-30.

KARBSTEIN, H. (1994). Untersuchungen zum Herstellen und Stabilisieren von Öl-in-Wasser-Emulsionen. Dissertation, TH Karlsruhe.

KIRSCHNECK, D. UND MARR, R. (2006). Anlagenkonzepte in der Mikroverfahrenstechnik. Chemie Ingenieur Technik 78, 29-38.

KOBAYASHI, I., NAKAJIMA, M. UND MUKATAKA, S. (2003). Preparation characteristics of oil-in-water emulsions using differently charged surfactants in straight-through microchannel emulsification. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 229, 33-41.

KONRAD, G., LORENZ, C. UND KLEINSCHMIDT, T. (2013). Emulgiereigenschaften der Phospholipide der Kuhmilch. DMW - Die Milchwirtschaft 11, 372-373.

KÖHLER, K. (2010). Simultanes Emulgieren und Mischen. Dissertation, Karlsruher Instituts für Technologie, Karlsruhe

KÖHLER, K., KULOZIK, U., SCHUCHMANN, H.P. UND KARASCH, S. (2008). Energiesparende Homogenisierung von Milch mit etablierten sowie neuartigen Verfahren. Chemie Ingenieur Technik 80, 1107-1116.

LAMBRICH, U., SCHRÖDER, V. UND VLADISAVLJEVIC, G.T. (2010). Emulgieren mit mikroporösen Systemen. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 369-428.

MAAN, A.A., SCHROËN, K. UND BOOM, R. (2011). Spontaneous droplet formation techniques for monodisperse emulsions preparation – Perspectives for food applications. Journal of Food Engineering 107, 334-346.

MALVERN (2013). Laser Diffraction Particle Sizing Malvern Instruments GmbH. http://www.malvern.de /labger/technology/laser_diffraction/particle_sizing.htm. (15.11.2013)

MÜLLER, M. (2012). Emulgierhilfsstoffe. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 17-35.

ROMBAUT, R. UND DEWETTINCK, K. (2006). Properties, analysis and purification of milk polar lipids. International Dairy Journal 16, 1362-1373.

SCHMIDT, U., FREUDIG, B., SCHUBERT, H. UND SCHUCHMANN, H.P. (2012). Stabilität von Emulsionen. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, XII, 527 S.

SCHUBERT, H. (2010). Einführung in die Emulgiertechnik. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 1-15.

SCHUCHMANN, H.P. (2012). Grundlagen der Emulgiertechnik. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 1-15.

SCHUCHMANN, H.P. (2012). Tropfenaufbruch und Energiedichtekonzept beim mechanischen Emulgieren. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, 133-163.

SIEBERTZ, K., BEBBER, D.V. UND HOCHKIRCHEN, T. (2010). Statistische Versuchsplanung. Design of Experiments (DoE). Springer, Heidelberg (u.a.).

STEPHAN, A. (1999). Entwicklung und Beeinflußbarkeit des Flavors von Sojalecithinen. Dissertation, Staats- und Universitätsbibliothek Hamburg.

STIEß, M. (2009). Partikeltechnologie. Mechanische Verfahrenstechnik 1. Springer-Verlag: Berlin (u.a.).

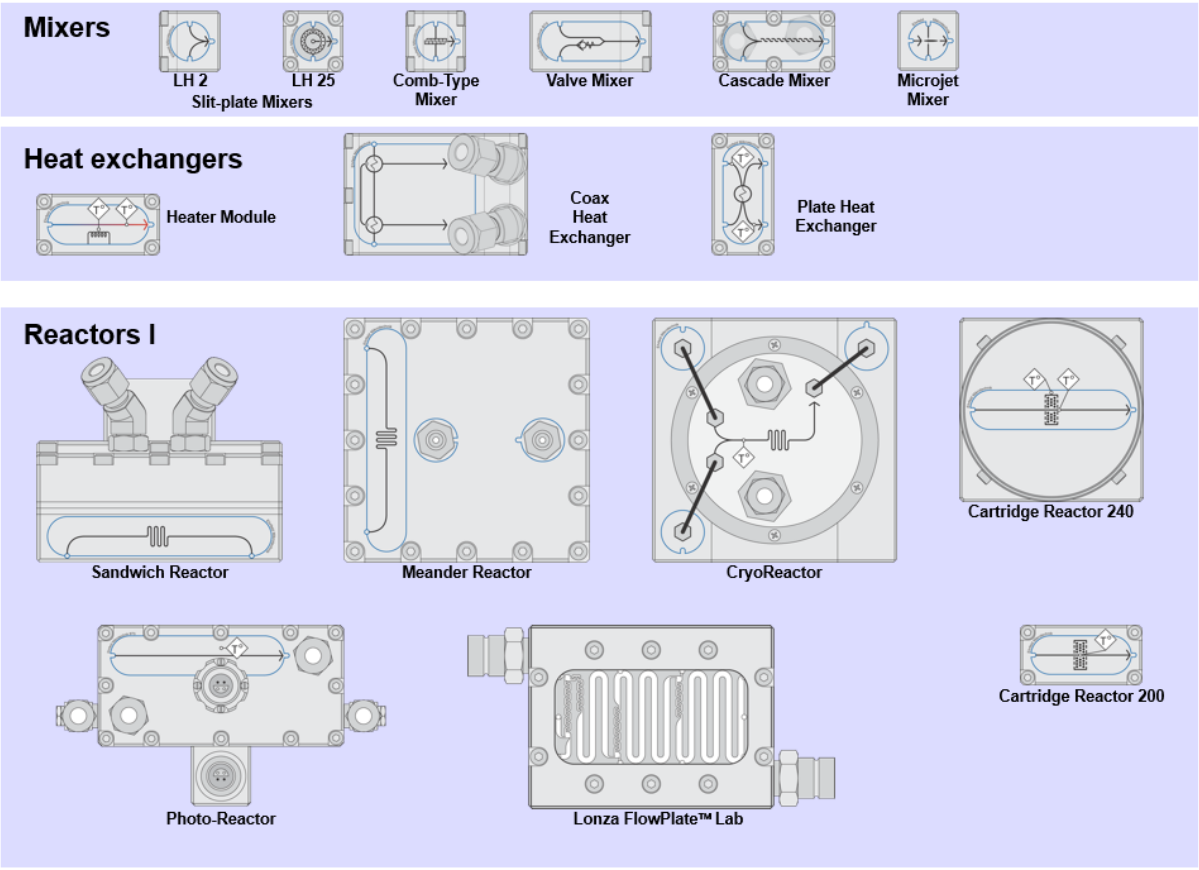
TIMMERMANN, F. (2010). Emulgatoren: Aufbau und Wirkungsweise. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, XXI, 700 S.

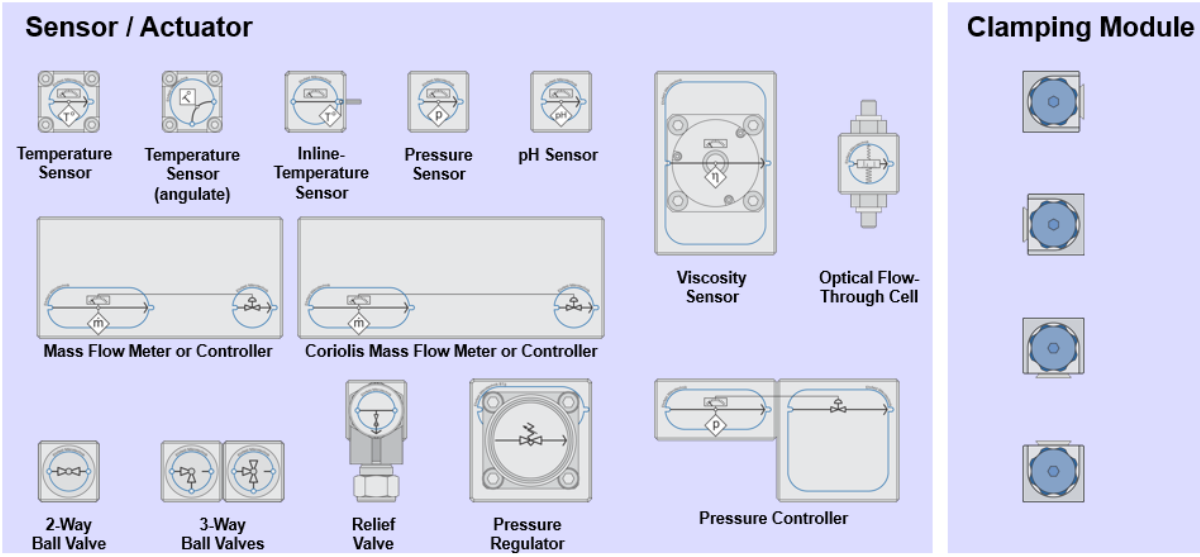
VAN DIJKE, K.C., SCHROËN, K., VAN DER PADT, A. UND BOOM, R. (2010). EDGE emulsification for food-grade dispersions. Journal of Food Engineering 97, 348-354.

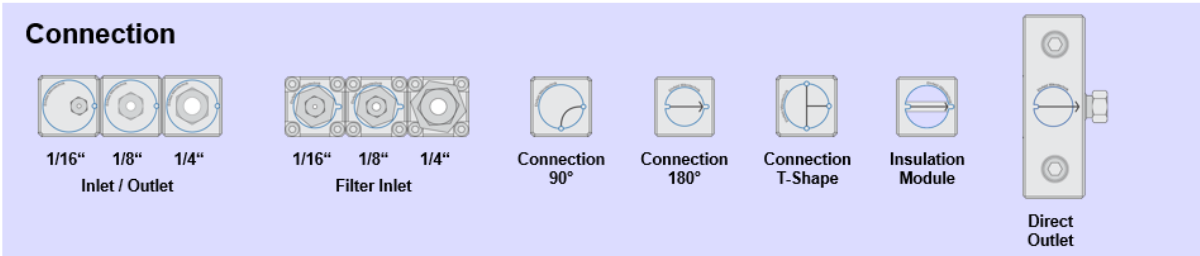
VLADISAVLJEVIC, G.T. UND SCHLENDER, M. (2012). Emulgieren mit mikrostrukturierten Systemen. In: KÖHLER, K., SCHUCHMANN, H.P., (Hrsg.) "Emulgiertechnik. Grundlagen, Verfahren und Anwendungen", Behr: Hamburg, XII, 527 S.

WEILAND, A. (2012). Einfluss von Milch-Phospholipiden und Soja-Phospholipiden auf Risikofaktoren für kardiovaskuläre Erkrankungen beim Menschen. Dissertation, Universität Gießen.

Anhang I: Schematische Darstellung von Komponenten des Modularen MikroReaktions System der Firma Ehrfeld Mikrotechnik BTS







LIPAMIN M20 Phospholipids, Ceramides and Gangliosides from milk

Essential components for innovative infant formula

LIPAMIN M 20 is a fully natural milk phospholipid obtained from milk fat globule membranes by sophisticated, solvent free milk processing technology.

What makes LIPAMIN M 20 ingredients so important for infant health and development?

Human milk composition still is the golden standard for all development of modern infant formula. It is scientific consensus that several minor components of human milk play important roles for the proper health and development of babies. LIPAMIN M 20 is a phospholipid concentrate which provides a number of minor nutrients which would adapt infant formula even closer to breast milk composition. The following describes the different ingredients of LIPAMIN M20 and their physiological roles.

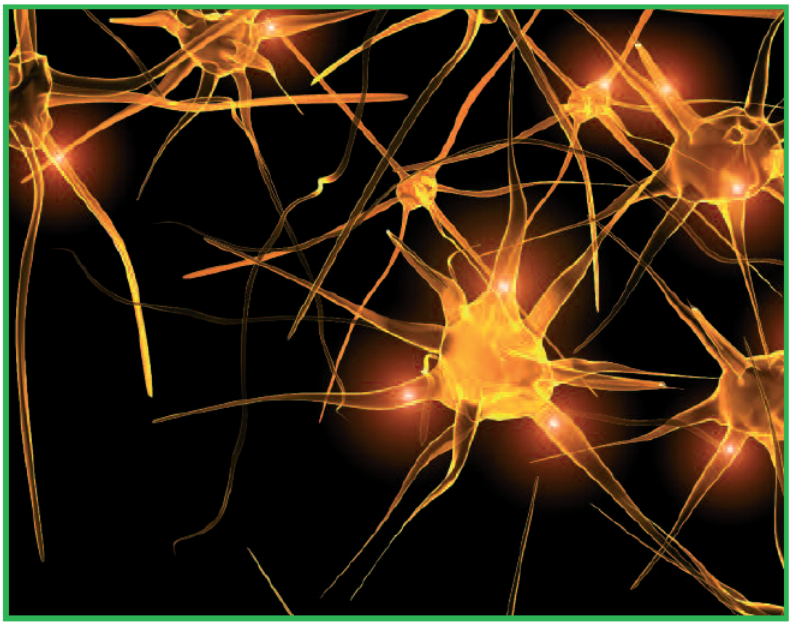
Nutritional aspects of milk phospholipids

Dairy phospholipids are completely different from all other commercially available phospholipid products. The composition is close to human milk phospholipid composition and contains high amounts of nutritionally valuable substances:

Milk polar lipids in general have an impressive effect on digestive health which means they protect both stomach and intestinal mucosa against the attack of aggressive substances. They also protect the intestine against pathogenic bacteria, preventing diarrhea and other digestive problems.

Ceramides

Cerebrosides are carbohydrate derivatives of ceramides, another sphingolipid class of molecules. Cerebrosides are major glycosphingolipids of human milk. They are found in all dairy MFGMs and consequently in LIPAMIN M 20 where they are of great physiological importance. One of the most studied roles of cerebrosides relates to their function as pro-apoptotic molecules. Apoptosis, a form of programmed cell death, is essential for the maintenance of normal cell homoeostasis and is an important physiological response to many forms of cellular stress.



Galactosylceramide has been originally described in the central nervous system. It is expressed in glial cells and it is the major lipid component of myelin, the protective sheath of axons that insulate the axon from electrical activity. This insulation is necessary to increase the rate of transmission of neuronal signals.

Glycosphingolipids like Galactosylceramide are used as cellular binding sites for a wide variety of pathogens, including viruses, bacteria, fungi and parasites.

Gangliosides

Gangliosides are very complex molecules, being oligosaccharide derivatives of ceramide with one or more sialic acids linked to the oligosaccharide.

They occur in very small amounts in milk but play very important physiological roles. Therefore the presence of gangliosides in infant milk is of utmost importance. Especially breast milk is quite rich compared to cow's milk,

Dietary gangliosides show enterotoxin-inhibitory activity and modify the intestinal ecology of preterm babies increasing the Bifidobacteria content and lowering that of Escherichia coli. They are involved in lymphocyte activation and differentiation linked to improved intestinal immunity development. After oral administration they can interfere with binding of pathogens in the intestine. All these effects are involved in modulating the process of general oral tolerance during first stages of life.

Gangliosides are also found in high concentrations in the brain where they are known to play a role in neuronal growth, migration and maturation, and myelination. In addition to their roles in development and structure of the brain gangliosides are important for neuronal outgrowth, synaptic connectivity, nerve cell communication and memory formation.

It has been shown that gangliosides are able to reduce pro-inflammatory mediators in the intestinal mucosa after the acute exposure to bacterial endotoxins. With other words they are suggested to have a therapeutic potential in the treatment and management of acute local and systemic inflammatory diseases. Gangliosides have been hypothesized to provide protection against pathogens. Newborn babies given an adapted milk formula supplemented with gangliosides had significantly fewer E. coli in feces than infants fed a control diet.

The various interconvertible ganglioside types in the plasma membrane of neurons are particularly important for their development in that they regulate such processes as axonal determination and growth, signalling and repair. In addition, gangliosides are believed to be functional ligands for the maintenance of myelin stability and the control of nerve regeneration.

In experimental systems, gangliosides have been shown to be cell-type specific antigens that control growth and differentiation of cells. In

particular, they have key functions in the immune defense systems. They act as receptors of interferon, epidermal growth factor, nerve growth factor and insulin and in this way may regulate cell signaling.

Sphingomyelin (SPM)

Sphingomyelin has similar effects as phosphatidylcholine to physically protect stomach and gut mucosa. But it is not just this benefit, it is especially known as precursor of a number of highly biologically active metabolites such as ceramides, sphingosine and sphingosine-phosphate. These metabolites function as a kind of second messengers and influence – amongst a long list of other biochemical effects – the performance of growth factors and induce apoptosis (programmed cell death).

Phosphatidylcholine (PC)

Phosphatidylcholine is a highly bioavailable source of the semi-essential nutrient choline which is an important part of all infant formula recipes.

Milk phosphatidylcholine also has a well demonstrated effect to protect the mucosa of stomach and intestine against aggressive substances.

The role of phospholipids in digestive health is well documented but it is not clear if this is simply a physicochemical role of mucosa protection or if there is also some biochemical mechanism behind.

Phosphatidylserine (PS)

Phosphatidylserine has an outstanding record as nutrient of choice to improve cognitive functions and to alleviate stress symptoms. More than 60 clinical studies are a convincing data basis for these benefits.

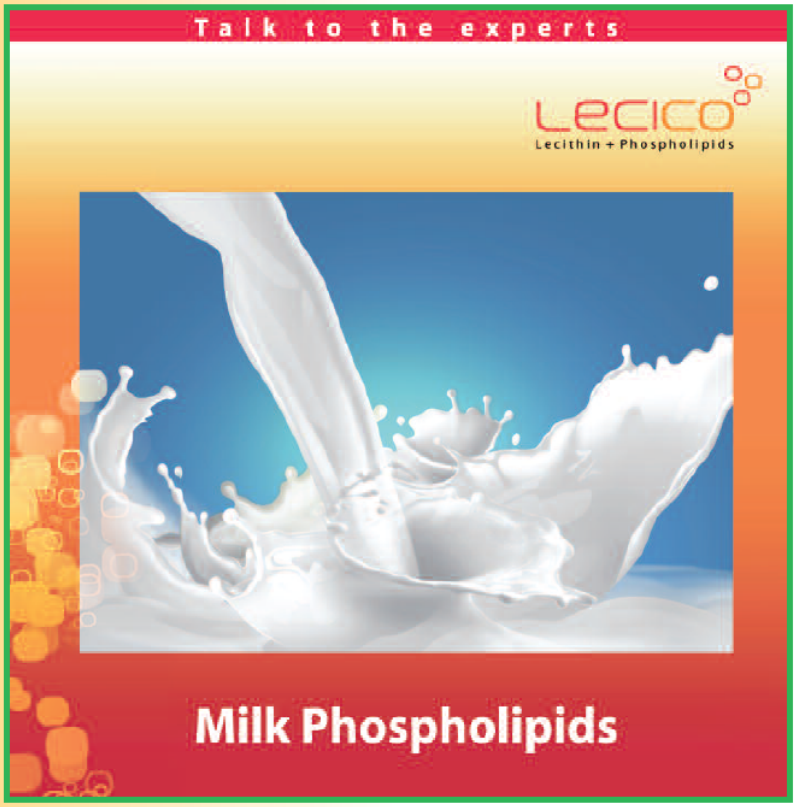
Particularly bovine brain and soya derived PS has been researched extensively. But it has been shown in a number of investigations that there is no significant difference in physiological activity dependent on the origin-specific differences of the PS fatty acid composition. With other words also milk derived PS has more or less the identical benefits on brain and nerve functions. The existing studies about milk PS and its effects on stress symptoms seem to confirm that.

PS supplementation on exercising humans showed that PS influence perceived muscular soreness and well-being.

Milk phospholipids for infant formula

It is beyond any doubt that human milk is the optimal diet for infants. Breast milk provides all nutrients that are essential for the proper development of babies. Therefore, human milk composition is the golden standard for the development of artificial infant formula products. It is common sense amongst pediatricians that the lipid composition of formula products is of great importance for visual acuity, cognitive performance, proper growth and the development of the immune system.

30 years ago artificial milk substitutes were exclusively based on cows or soya milk devoid of several minor, but very important compounds found in human milk. The new area of modern infant formula started with the inclusion of egg phospholipids carrying long chain, polyunsaturated fatty acids (LC-PUFA) like arachidonic (ARA) and docosahexaenoic acid (DHA). Only recently it has been recognized that not only LC-PUFA are of crucial importance for the proper development of newborn babies but also the inclusion of sphingolipids, especially sphingomyelin, ceramides and – of special importance – gangliosides. Sphingomyelin plays an important role in neonatal gut maturation and protection and contributes to the myelination of the developing central nervous system. SPM metabolites protect the newborn digestive tract against pathogenic bacteria preventing severe diarrhea and potentially even necrotic enterocolitis . For the roles of ceramides and gangliosides see above.



Composition Polar Lipid Concentrate

	Content %
Protein	55
Lactose	10
Triglycerides	15
Minerals	8
Cholesterol	1
Phospholipids	13
phosphatidylcholine	5
phosphatidylethanolamine	5
phosphatidylinositol	1
phosphatidylserine	2
Sphingolipids	7
sphingomyelin	5
ceramides	2
gangliosides	0.5

Anhang II: Produktbeschreibung LIPAMIN M 20

The newly developed concentrates of milk polar lipids are therefore valuable sources for these substances and are indispensable ingredients for modern, scientifically based human milk substitutes.

The synergistic effects of LC-PUFA supplementation and milk polar lipid inclusion are responsible for the proper development of the central nervous system, cognitive performance and a well-built immune defense system.

Based on liquid cow's milk with 3.5 % fat the amount of polar lipids is in the range of 0.03 % only. Sophisticated processing technologies including membrane separation are needed to allow the separation of polar lipid concentrates with up to 35 % even without using solvents. For higher purity solvent systems like ethanol and acetone are needed.

A typical commercial milk phospholipid concentrate has the following composition:

The fatty acids of milk polar lipids are saturated by appr. 55 %, mono-unsaturated by 35 % and polyunsaturated only by 10 %.

In summary

Nutritional factors during early development not only have short-term effects on growth, body composition, body and brain functions but are important also for long-term benefits on health and diseases in adulthood as well as development of neural functions and behaviour. Intestinal growth, maturation, immunity and long-term functions may be significantly influenced by specific ingredients of infant formula by ceramide derivatives such as cerebrosides and specifically gangliosides.

Get in contact with LECICO:
LECICO GmbH
Theodorstraße 88
22761 Hamburg
Telefon: xx49 40 890 610 0
www.Lecico.de
Email: Info@ Lecico.de

Anhang III: Technisches Datenblatt LECICO F 580 IPM

Technical Data Lecithin

Lecithin + Phospholipids

LECICO F 580 IPM

Fluid enzymatically modified soya lecithin

Product Specifications

Chemical-Physical Analyses

Appearance	fluid
Acetone-Insolubles	min. 56 %
Moisture	max. 1,0 %
Peroxide Value	max. 10 meq/kg
Acid Value	max. 45 mg KOH/g
Color Gardner (10% diluted)	max. 12
Viscosity	max. 12 Pas

Microbiological Analysis

Total Plate Count	max. 3.000 CFU/g
Yeast & Moulds	each max.100 CFU/g
Total Coliforms	negative / 0.1 g
Salmonella	negative /25 g

Properties

LECICO F 580 IPM is a fluid enzymatically modified, multi-functional soya lecithin and has excellent dispersibility functions especially in O/W systems and micro- emulsions.

LECICO F 580 IPM is suitable as an emulsifier, wetting agent, stabilizer, release agent, lubricant, and dispersant.

Packaging

LECICO F 580 IPM is available in

1000 kg IBC Container

200 kg steel drums

25 kg plastic canister

Storage conditions

Due to the hydroscopic nature of lecithin products, LECICO F 580 IPM should be kept in its original container until ready for use. The material is sensitive to light. It has a shelf life of up to 24 months at a temperature below 25° C and a relative humidity of max. 70%.

Regulatory Status

LECICO F 580 IPM corresponds with E 322. Corresponding with the Regulation No. 1129/2011/EU and No. 231/2012/EU for food additives, lecithin is a generally permitted additive.Labeling of LECICO F 580 IPM can be as follows: EMULSIFIER SOYA LECITHINS E 322.

Genetic Modification Status

LECICO F 580 IPM is produced from conventional non-GM soybeans, and has not to be labeled.

Version 002 - June 2013

Lecico GmbH • Theodorstrasse 88 • D-22761 Hamburg • Fon: +49 (0) 40 / 890 610-0 • Mail: info@Lecico.de • www.Lecico.de

Technical Data Lecithin

Lecithin + Phospholipids

LIPAMIN M 20

Milk phospholipid concentrate

Product Specification

Composition

Milk Solids	min. 95,0 %
Phospolipid content	16,0 - 21,0 %
Phosphatidylethanolamine (PE)	5,0 - 5,5 %
Phosphatidylcholine (PC)	4,0 - 5,5 %
Phosphatidylinositol	0,5 - 1,8 %
Phosphatidylserine	1,0 - 2,5 %
Sphingomyelin	3,5 - 5,0 %
Ceramides*	1,5 - 2,5 %
Gangliosides	0,3 - 0,6 %
Protein	50,0 - 60,0 %

*= mainly galactosyl and glucosyl- ceramide

Chemical-Physical Analysis

Consistency	powder
Colour	off-white
Moisture	max. 5 %
Peroxide Value	max. 3 meq/kg

Microbiological Analysis

Total Plate Count	max.5.000 CFU/g
Yeast & Moulds	< 100 CFU/g
Coliforms	< 10 /g
Enterobacteriaceae	< 10 /g
Salmonella	negative/ 25 g
Listeria Monocytogenes	negative/ 25 g

Properties

LIPAMIN M 20 is a fully natural milk phospholipid concentrate made by sophisticated solvent-free milk processing technology. The product is an excellent source of sphingolipids, gangliosides and ceramides. LIPAMIN M 20 is easily dispersible, stable and has a clean milky taste and odour. It functions synergistically as nutritional and emulsifying ingredient.

Application

LIPAMIN M 20 is highly suitable as an ingredient for infant formula: It improves the intestinal health of infants, contributes to the maturation of the gut, reduces the risk of infections during early infancy, stabilizes the baby's immune system and improves neonatal brain development.

Packaging

LIPAMIN M 20 is available in 10 kg bags of PE laminated aluminium foil.

Storage Conditions

LIPAMIN M 20 should be kept in the sealed container, avoiding light and moisture, until ready for use. The optimum storage temperature is 10 to 20° C and the shelf life of LIPAMIN M 20 is approximately 24 months, in the original unopened container.

Regulatory Status

LIPAMIN M 20 is a milk protein concentrate rich in phospholipids. The lecithin part corresponds with the EC No. E322. According to the EC Regulation No. 1129/2011/EU and No. 231/2012/EU for food additives, lecithin is a generally permitted additive.
Labeling of LIPAMIN M 20 should be as follows: MILK LECITHIN and MILK PROTEIN.

Version 003 April 2013

LECICO GmbH • Theodorstraße 88 • D-22761 Hamburg • Fon: 040 - 890 610 0 • Mail: info@lecico.de

Anhang V: Datenblatt der Mikrozahnringpumpe mzr-7205 der Firma HNP Mikrosysteme GmbH

HNP Mikrosysteme

Hochleistungsbaureihe

Mikrozahnringpumpe mzr®-7205

Pumpe für produktions- und verfahrenstechnische Anwendungen

- **Hohe Dosiergenauigkeit**
  Dosierpräzision VK < 1 % bei kleinen Mengen
- **Hohe Förderdrücke**
  auch bei niedrigviskosen Medien
- **Hohe Standzeit**
  verschleißbeständiges Hartmetall
- **Breiter Viskositätsbereich**
  Methanol, Wasser, Lösungsmittel, Klebstoffe, Fette, Gele
- **Kompakte Abmessungen**
  Länge 155 mm, inklusive Steuerung
- **Präzisionsantrieb und Komfortsteuerung**
  DC-Servomotor mit integriertem Mikrocontroller
- **Pulsations- und Scherarmut**
  rotatorische Mikrozahnringtechnik

Die Mikrozahnringpumpe mzr-7205 deckt den Fördermengenbereich von 0,048 bis 288 ml/min ab. Die hochpräzise, pulsationsarme Niedrigmengendosierung auch von nichtschmierenden Medien bei hohen Drücken, der kompakte Aufbau der Pumpe mit integrierter Steuerung, der breite Viskositätsbereich förderbarer Medien und die kleinen Abmessungen sind die Kennzeichen dieser Baureihe. Die Pumpe findet Einsatz insbesondere im Bereich produktions- und verfahrenstechnischer Anwendungen. Die Pumpe ist geeignet für die kontinuierliche und diskrete Dosierung von Wasser, wässrigen Lösungen, Lösungsmitteln, Methanol, Ölen, Schmierstoffen, Klebstoffen, Tinten und Farben sowie anderen höherviskosen Medien.

Anwendungen

- Verfahrenstechnik
- Maschinen- und Anlagenbau
- Abfülltechnik
- Medizin und Pharma
- Miniplant-Technik
- Spraytechnik
- Klebstoffdosierung
- Tinten- und Farbdosierung
- Vakuumanwendungen

Technische Daten

Volumenstrom	0,048 – 288 ml/min
Kleinstes Dosiervolumen	30 µl
Verdrängungsvolumen	48 µl
Differenzdruckbereich	0 – 30 bar (1 mPas); 0 – 40 bar (ab 16 mPas)
Max. eingangsseitiger Vordruck	5 bar (10 – 40 bar *)
Betriebstemperaturbereich	-5 … +60 °C (-20 … +150 °C *)
Viskositätsbereich	0,3 – 50.000 mPas (1.000.000 mPas *)
Dosierpräzision	< 1 % (Variationskoeffizient VK)
Pulsation	< 6 %
Drehzahlbereich	1 – 6000 U/min
Fluidanschlüsse	1/8" NPT Innengewinde, seitlich optional: 1/8" NPT Innengewinde, stirnseitig
Medienberührte Teile	Edelstahl 1.4404/1.4435 (316L), Hartmetall Ni-Basis; Wellendichtung: graphitverstärktes PTFE, Edelstahl 316L; statische Dichtungen: FKM, optional: EPDM, FFKM
Antrieb	DC-Servomotor, 24 V DC, 44 W
Steuerung	integrierter 16-Bit Mikrocontroller
Schnittstellen	0–10 V, RS-232, 1 digitaler Ein-/Ausgang
Abmessungen (L x B x H)	155 x 50 x 69 mm
Gewicht	ca. 1080 g

Sonderausführungen auf Anfrage.

* Optionen: Sperrdichtungsmodul, Wärmedämmmodul, Heizmodul, Getriebemodul

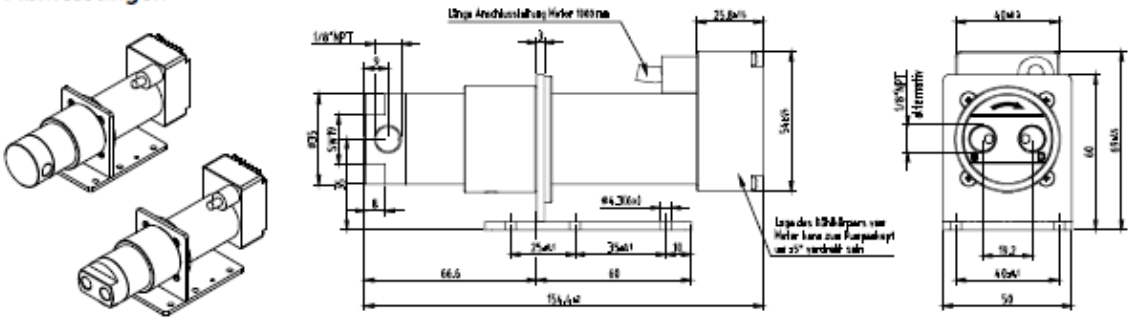
Anschrift
HNP Mikrosysteme GmbH
Bleicherufer 25 · D-19053 Schwerin

Telefon +49 385 52190-301
Telefax +49 385 52190-333

E-Mail info@hnp-mikrosysteme.de
http://www.hnp-mikrosysteme.de

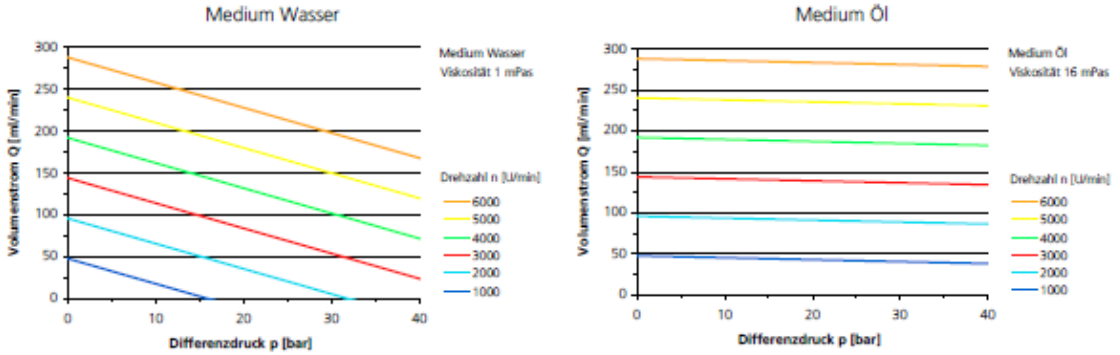
Anhang V: Datenblatt der Mikrozahnringpumpe mzr-7205 der Firma HNP Mikrosysteme GmbH

Abmessungen

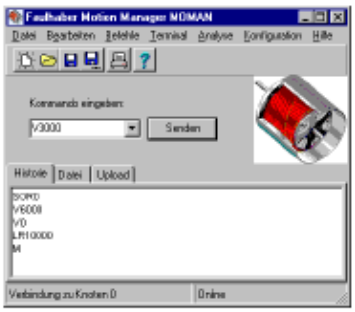


Technische Änderungen vorbehalten.

Kennlinien



Steuerung



- Drehzahl- und Positionsregelung für kontinuierliche u. diskrete Dosieraufgaben
- Anschlussgehäuse S-G05 mit Potentiometer zur Drehzahlvorgabe
- Anschluss der Spannungsversorgung über Buchse nach DIN 45323 oder Schraubklemmen
- 9-poliger RS-232 Schnittstellenstecker zum Anschluss an PC oder SPS
- Analogeingang 0-10 V, 0 (4)-20 mA
- EEPROM Programmspeicher
- Spannungs-, Temperatur- und Motorstromüberwachung
- einfache ASCII Befehlssprache zur Parametrierung (Drehzahlprofile) und Programmierung des Antriebs
- Programmierung mit Windows® Software »Motion Manager«
- grafische Antriebsdatenanalyse
- gleichzeitiger Betrieb von bis zu 255 Pumpenantrieben über Multiplexermodule mit RS-232 möglich

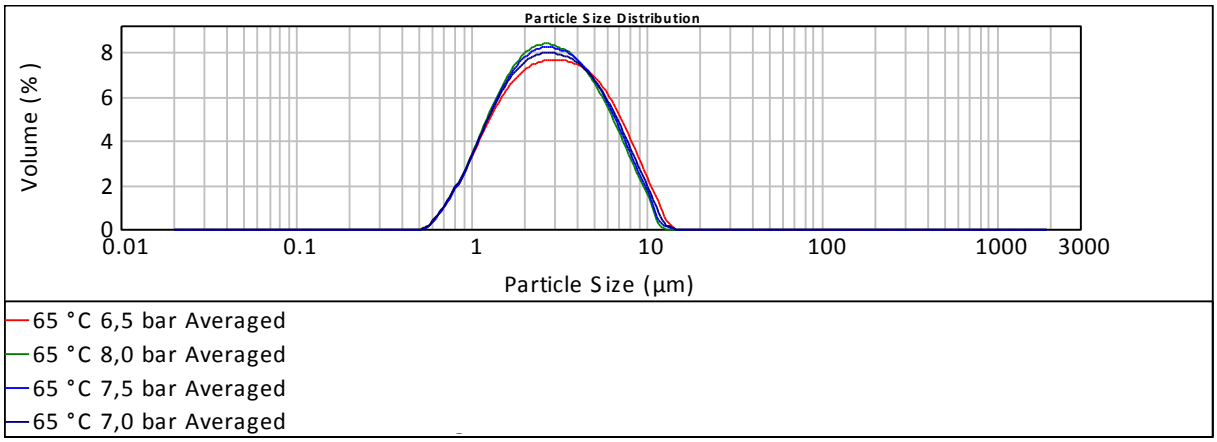
Artikelnummern

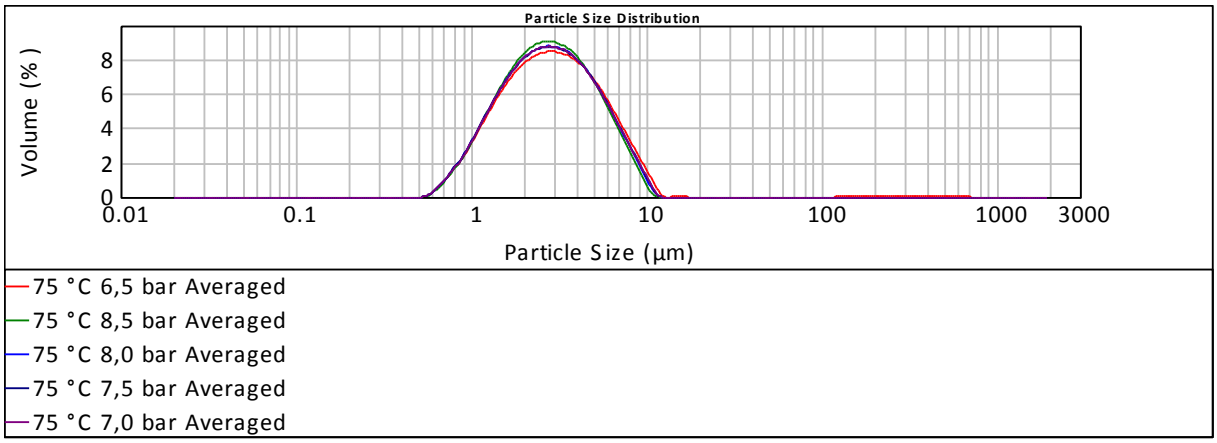
10 03 01 06	Pumpe mzr-7205 S mit seitlichen Fluidanschlüssen 1/8" NPT, Anschlussgehäuse S-G05, Nullmodemkabel und Software »Motion Manager«
10 03 01 07	Pumpe mzr-7205 F mit stirnseitigen Fluidanschlüssen 1/8" NPT, Anschlussgehäuse S-G05, Nullmodemkabel und Software »Motion Manager«

Ergänzungsausstattung

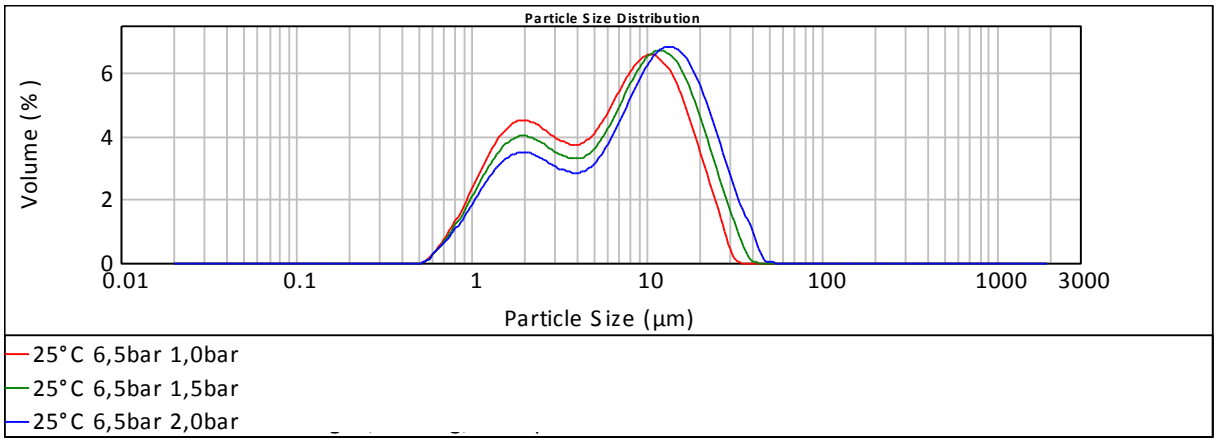
Fluidzubehör	Einschraubverschraubungen, Schläuche, Filter etc.
Sperrdichtungsmodul	Förderung luft- und feuchtesensitiver Medien oder für Vakuumanwendungen
Wärmedämmmodul	Förderung bei erhöhten Medientemperaturen bis 150 °C
Heizmodul	Aktive Beheizung des Pumpenkopfes bis maximal 150 °C Einsatztemperatur
Getriebemodul	Untersetzungsgetriebe 3,7:1 zur Förderung hochviskoser Medien
Pumpensteuerungsmodul	Aluminiumdruckgussgehäuse mit Stell- und Anzeigeelementen mzr-S05 E für den Laborbereich
Antriebsvarianten	Ex-Schutz Motor oder leistungsstärkere Antriebe für Betriebsdrücke bis 80 bar
Multiplexermodul	Betrieb von bis zu 255 Pumpen über eine gemeinsame RS-232 Schnittstelle

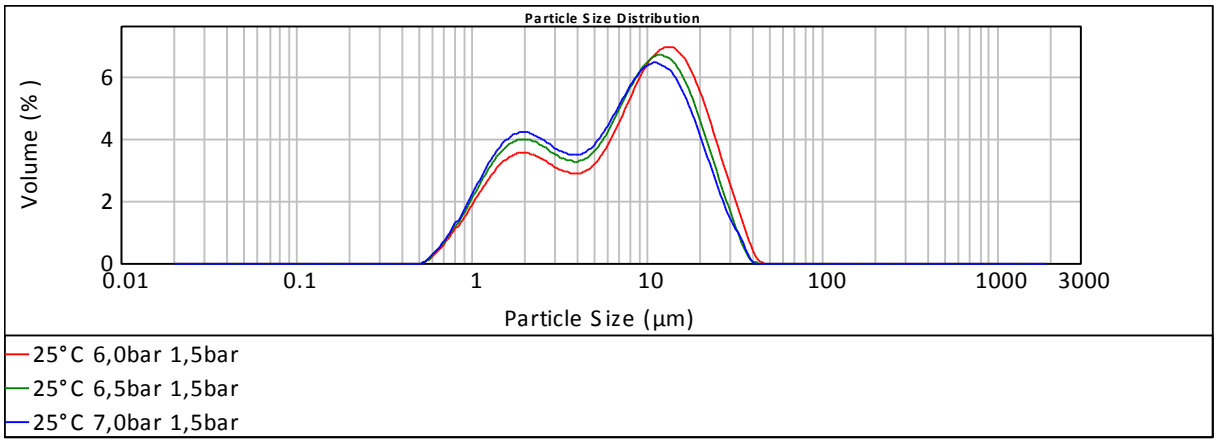
Anhang VI: Tropfengrößenverteilungen der Untersuchung des Temperatureinflusses auf das Emulgierergebnis eine O/W-Emulsion



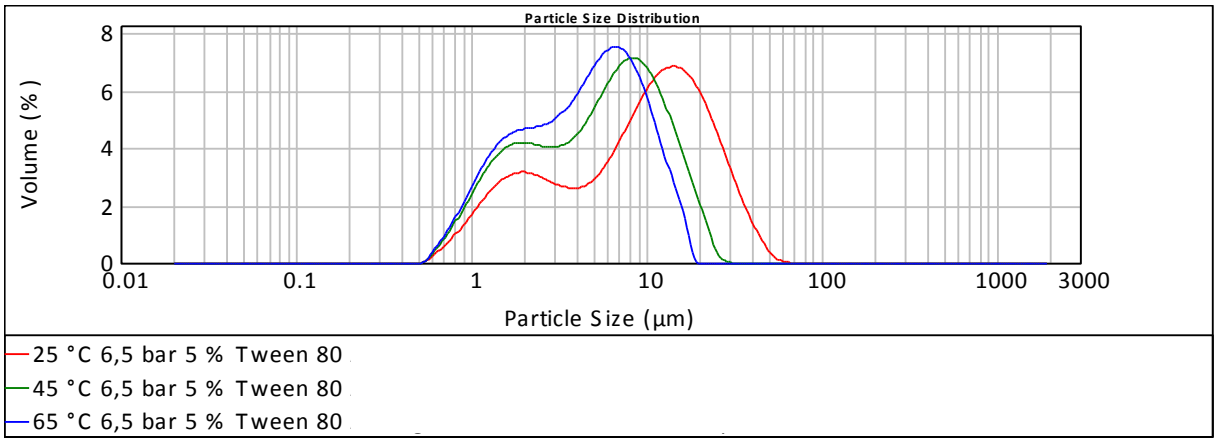


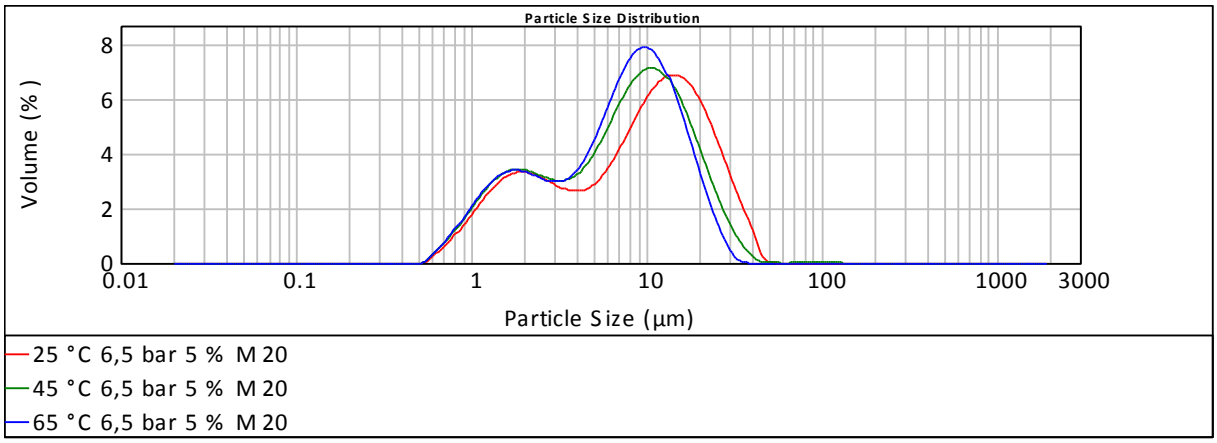
Anhang VII: Tropfengrößenverteilungen der Untersuchung des Energieeintrages auf das Emulgierergebnis eine O/W-Emulsion

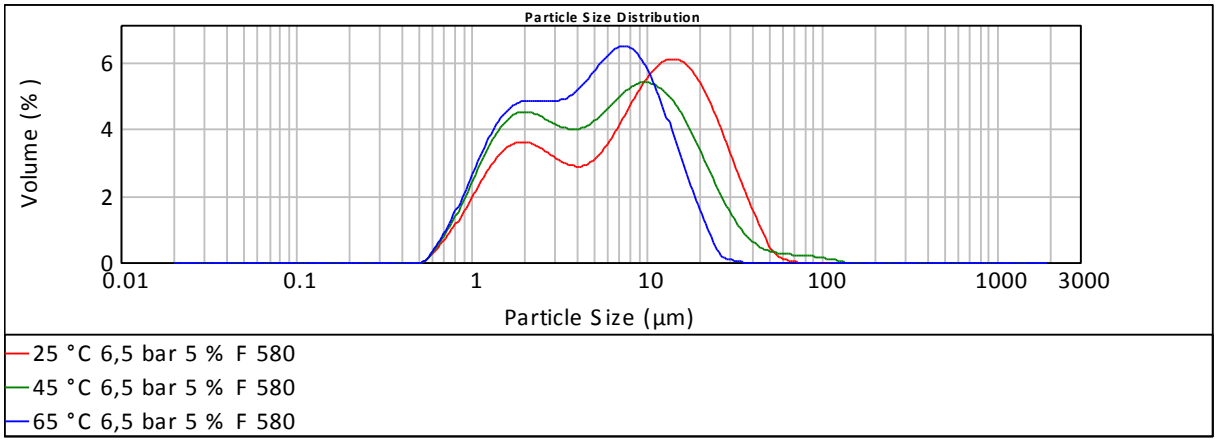


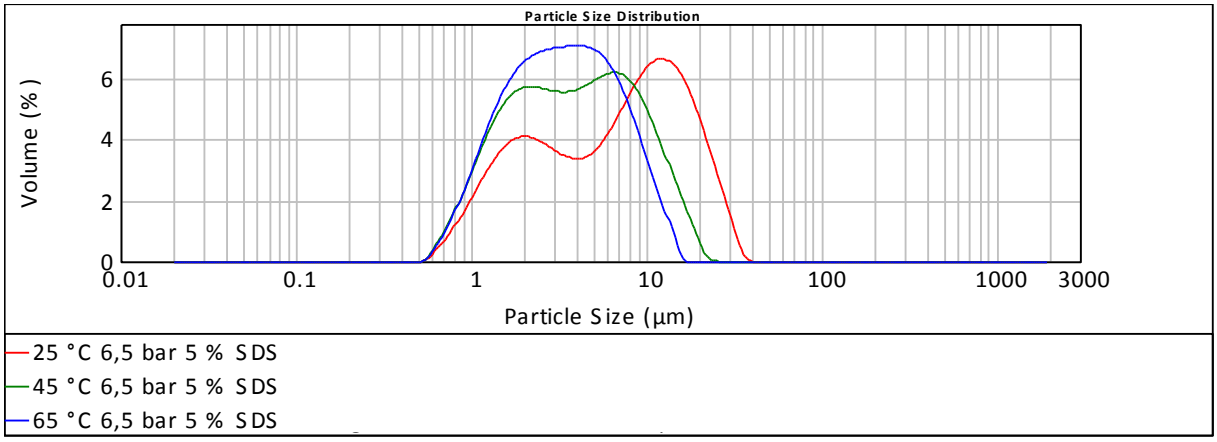


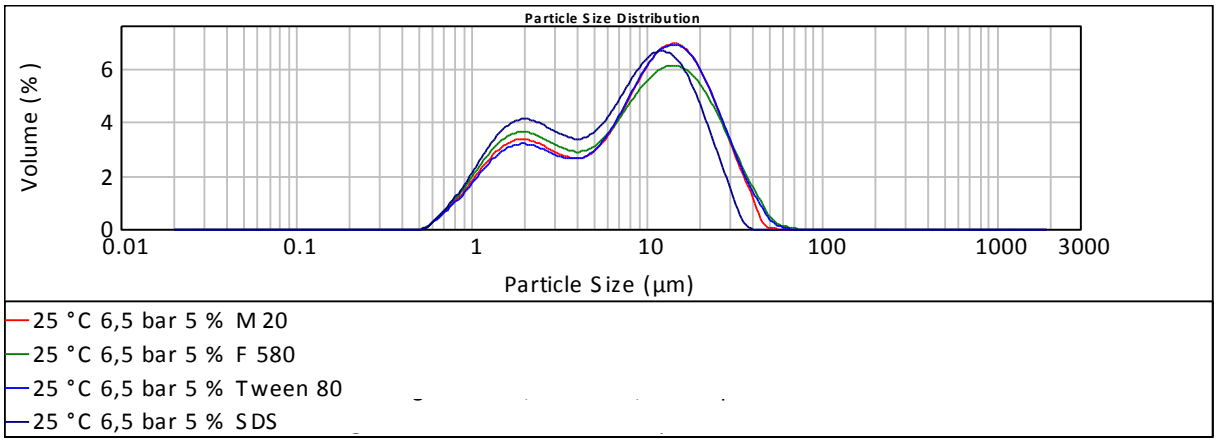
Anhang VIII: Tropfengrößenverteilungen zur Evaluation verschiedener Emulgatoren aus der Lebensmittelindustrie mittels Schlitzplatten-Mikromischers

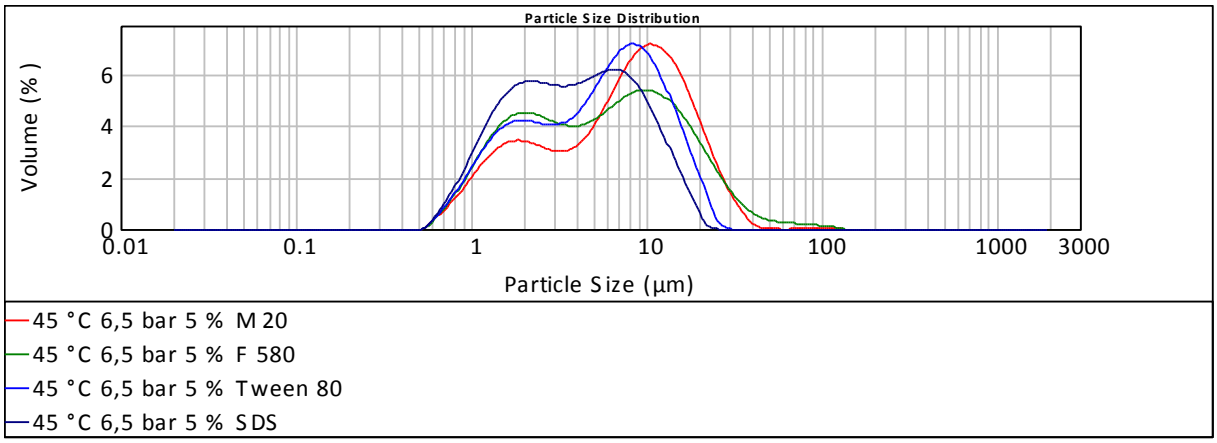


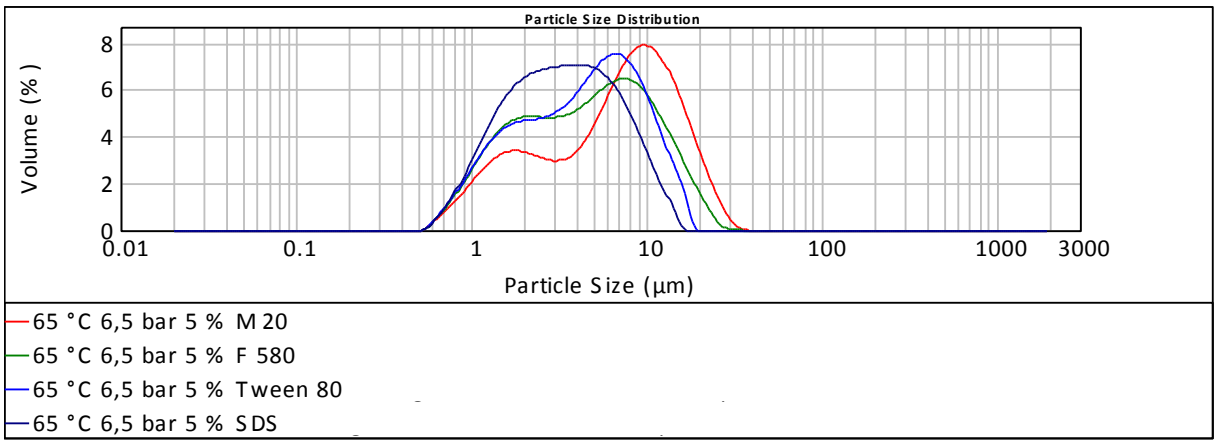







Particle Size Distribution
Volume (%)
0
2
4
6
0.01
0.1
1
10
100
1000
3000
Particle Size (µm)
25 °C 6,5 bar 5 % M 20
25 °C 6,5 bar 5 % F 580
25 °C 6,5 bar 5 % Tween 80
25 °C 6,5 bar 5 % SDS


Particle Size Distribution
Volume (%)
0
2
4
6
0.01
0.1
1
10
100
1000
3000
Particle Size (µm)
45 °C 6,5 bar 5 % M 20
45 °C 6,5 bar 5 % F 580
45 °C 6,5 bar 5 % Tween 80
45 °C 6,5 bar 5 % SDS


Particle Size Distribution
Volume (%)
0
2
4
6
8
0.01
0.1
1
10
100
1000
3000
Particle Size (µm)
65 °C 6,5 bar 5 % M 20
65 °C 6,5 bar 5 % F 580
65 °C 6,5 bar 5 % Tween 80
65 °C 6,5 bar 5 % SDS